

USADA and Floyd Landis
AAA No. 30 190 00847 06

United States Anti-Doping Agency's List of Exhibits*

Tab	Exhibit	Bates Numbers
1.	UCI Rules	
2.	Bylaws of the United States Olympic Committee	
3.	USADA Protocol for Olympic Movement Testing	
4.	World Anti-Doping Code	
5.	WADA 2006 Prohibited List	
6.	International Standard for Testing	
7.	Olympic Movement Anti-Doping Code	
8.	International Standard for Laboratories	
9.	TD2004EAAS	
10.	TD2004MRPL	
11.	TD2003LDOC	
12.	TD2003IDCR	
13.	USADA v. Hartman	
14.	Susin v. FINA	
15.	IAAF v. CBA and Dos Santos	
16.	WADA v. Wium	
17.	IAAF v. Czech Athletic Federation and Roman Zubek	
18.	UCI v. Moller	

*USADA reserves the right to supplement these exhibits with any of the following materials: documents pertaining to the further analysis of Mr. Landis's other samples; documents related to discovery requests to Mr. Landis that are still pending; and any additional rebuttal exhibits necessary after review of Respondent's brief and exhibits, including any relevant demonstrative exhibits.

19.	UCI v. Bakker	
20.	UCI v. Skelde	
21.	UCI v. Danmarks	
22.	UCI v. Landaluce (English and French translations)	
23.	ISO/IEC 17025 (1999) and (2005)	USADA 1250-1318
24.	A Sample Laboratory Documentation Package	USADA 0001-0223
25.	B Sample Laboratory Documentation Package	USADA 0224-0370
26.	LNDD Documents	LNDD 0001-0519
27.	Respondent's Doping Control Form (CPLD Copy)	Produced by Landis
27a.	CPLD Copies of other riders doping control forms received by CPLD on July 27	
27b.	CPLD Copies of other riders doping control forms received by CPLD on July 28	
28.	Respondent's UCI License Application	USADA 1250-1252
29.	Longitudinal Study of Respondent's T/E Ratio	
30.	Longitudinal Study of Respondent's T/E Ratio Adjusted for Specific Gravity	
31.	Photograph of the type of cooler and metal band used to transport Respondent's sample	
32.	Color Photographs of LNDD operating the Isoprime instrument at 5E-6 mbar	
32a.	LNDD's Response to alleged IRMS Documentation Errors	
32b.	Documentation tracking sample 995474 CG-MS	
33.	Excerpt from Dr. Arnie Baker's PowerPoint Presentation	
34.	Cologne WADA Research Project Progress Report March 2007	
34a.	Cologne PowerPoint	

35.	UCLA Final Report on WADA Grant - Pharmacokinetics of Pharmaceutical Testosterone and TE in Subjects with Low and High Baseline TEs: The assessment of the ethnic differences and of the sensitivity of various carbon isotope ratio methods relative to TE, Don H. Catlin	
36.	UCLA Report to USADA on research subject IVT-1	
37.	Illustrations of Steroid Metabolism	
38.	Figures 1-21 from USADA Brief	
39.	<p>Press Statements by Respondent</p> <ul style="list-style-type: none"> • Sal Ruibal, <i>Synthetic testosterone found in Landis' 'B' sample; Tour winner likely to lose title</i>, USA TODAY, accessed Feb. 8, 2007, http://www.usatoday.com/sports/cycling/2006-08-04-landis-doping-test_x.htm • Associated Press, <i>Tour de France Champ Floyd Landis Requests Test of Backup Urine Sample in Doping Flap</i>, Fox News.com, Jul. 31, 2006, http://www.foxnews.com/printer_friendly_story/0,3566,206449,00.html • Sal Ruibal, <i>Landis fires back at cycling hierachy [sic]</i>, USA TODAY, accessed Feb. 8, 2007, http://usatoday.printthis.clickability.com/pt/cpt?action=cpt&title=USATODAY.com+-+Lan... 	

40.	Additional Science Articles	
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Validity of urine samples :microbial degradation. Recent advances in doping analysis</i>, Ayotte C., Charlebois, A., Lapointe, S., Barriault D. and Sylvestre M. 	USADA 1154-1164
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Variability of T/E ratios in Athletes</i>, Baenziger J. and L. Bowers 	USADA 1165-1170
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Issues in detecting abuse of xenobiotic anabolic steroids and testosterone by analysis of athlete's urine</i>, Catlin D. H., C. K. Hatton and S. H. Starcevic 	USADA 1171-1179
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Long-term administration of testosterone enanthate to normal men: alterations of the urinary profile of androgen metabolites potentially useful for detection of testosterone misuse in sport</i>, Dehennin L. and A. M. Masumoto 	USADA 1180-1190
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Evaluation of longitudinal studies, the determination of subject based reference ranges of the T/E ratio</i>, Donike M., S. Rauth, U. Mareck-Engelke, H. Geyer and R. Nitschke 	USADA 1191-1194
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Stability of steroid profile (2) : excretion rates from morning urines</i>, Mareck-Engelke U., H. Geyer and M. Donike 	USADA 1195-1197
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Improved method of detection of testosterone abuse by gas chromatography /combustion/ isotope ratio mass spectrometry analysis of urinary steroids</i>, Aguilera R., M. Becchi, H. Casabianca, C.K. Hatton, D. H. Catlin and B. Starcevic 	USADA 1198-1205
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>GC/C/IRMS and GC/MS in "Natural" Steroids Testing</i>, Ayotte C., D. Goudreault, A. Lajeunesse, M. Cl��roux, Y. Richard, A. Charlebois, J. -P. Couture and A. Fakirian 	USADA 1206-1211
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Kinetic isotope effects during metabolism of delta-4-steroids</i>, Flenker U. and Schanzer W 	USADA 1212-1215
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Validity of carbon isotope ration measurements for decomposed urine samples</i>, R. Taylor, A. Cawley, R. Kazlauskas, G. Trout & A. George 	USADA 1216-1218
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Developments in Sports Drug Testing</i>; Trout, G., J. Rogerson; A. Cawley and C. Alma 	USADA 1219-1224

	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Performance Characteristics of a Carbon Isotope Ratio Method for Detecting Doping with Testosterone Based on urine Diols: Controls and Athletes with Elevated Testosterone/Epitestosterone Ratios</i>, Aguilera, R. T. Chapman, B. Starcevic, C. Hatton, D. Catlin 	USADA 1225-1233
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Improved Detection of Sugar Addition to Maple Syrup Using Malic Acid as Internal Standard and in ^{13}C Isotope Ratio Mass Spectrometry (IRMS)</i>, Tremblay, P. and R. Paquin 	USADA 1234-1240
	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Confirming Testosterone administration by isotope ratio mass spectrometric analysis of urinary androstenediols</i>, Shackleton, C., A. Phillips, T. Chang and Y. Li 	USADA 1241-1249

41.	USADA Documents	USADA 0371-0475
42.	USADA Documents	USADA 0476-0731
43.	USADA Documents	USADA 0732-0970
44.	USADA Documents	USADA 0971-1002
45.	USADA Documents	USADA 1003-1007
46.	USADA Documents	USADA 1008-1137
47.	USADA Documents	USADA 1138-1153
48.	Excerpt from Operating Manual for IsoPrime (Pg 103)	
49.	WADA Documents	WADA 0001-0143

TAB 24

DOSSIER ANALYTIQUE : 178/07-1
Prélèvement n°995474 du 20/07/2006

UCI

TDF 2006 : 17^{ème} étape à Morzine

T/E =11,4

USADA 0001

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART

pages 1-22

Summary of analyses	1
Internal chain of custody of sample A and sample A related aliquots	3
Identification of sample n°995474	18
Documentation of receipt of intact samples	20
Analytical deviation	22

SECTION 2 : TECHNICAL PART

pages 23-173

2.1. Immunological screening	23-30
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	23
Screening data	30
- Sample A995474	30
2.2. Natural hormone screening	31-64
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	31
Screening data	46
- Negative aliquot	46
- Sample A995474	49
- Positive aliquot	55
Data on instrument performances	58
Result form	63
2.3. Second analysis for confirmation of T/E ratio (aliquot with hydrolysis)	65-92
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	65
Confirmation data	81
- Negative aliquot	81
- Sample A995474	82
- Positive aliquot	85
Data on instrument performances	88
Result form	92
2.4. Confirmation analysis by GC/C/IRMS	93-175
List of confirmation analyses, method and preparative form	93
2.4.1. GC/MS analysis	113
Description of GC/MS analysis	113
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction	119
Data on instrument performances	135
Result form	138
2.4.2. Isotopic ratio analysis	142
Description of GC/C/IRMS analysis	142
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction	145
Data on instrument performances	163
Result form	174

SECTION 3 : Certificate of analysis n°28423

pages 176-177

ANNEXES

pages 178-207

Reanalysis sheet	178
First analysis for confirmation of T/E ratio according to 2.3 plus an aliquot of sample A995474 without hydrolysis	179

SECTION I
ADMINISTRATIVE PART

USADA 0003

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01	Version : J
		Date : 09/06/2006	
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES			
N° de laboratoire : 18 178107		N° échantillon : 995674	
Produit(s) confirmé(s) : TIE			
pH mesuré en conf : 5.22		Densité affichée en conf : 1.025	
		Réfractomètre n° : 2	
		* Densité corrigée : 1.025	
Essai n° : EC			
Mode opératoire de préparation :		M-EX- Version :	
Mode opératoire d'analyse :		M-AN- Version :	
CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
Essai n° : EC 24D			
Mode opératoire de préparation :		M-EX- OUB Version : E	
Mode opératoire d'analyse :		M-AN- 27 Version : C	
CG/SM (SIM) <input checked="" type="checkbox"/>		CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée: TIE = 11.6 Testo: 61 ng/ml Epi: 3.2 ng/ml			
* Concentration corrigée: Testo: 65.1 ng/ml Epi: 3.9 ng/ml			
Essai n° :			
Mode opératoire de préparation :		Version :	
Mode opératoire d'analyse :		M-AN- Version :	
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée:			
* Seuil corrigé :			
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input checked="" type="checkbox"/>	
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>	
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>	
ES04 -H (CG/SM) <input checked="" type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>	
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>			
Code opérateur de l'analyste : 18 /28		Code opérateur du responsable : 18	
Date et paraphe : 22/07/06 24/07/06		Date et paraphe : 24/07/06	
E		E. P. (E)	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>			
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :			

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0004

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : Version : Date :	E-RECAP-01 J 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES			
ECHANTILLON			
N° de laboratoire :	178107	N° échantillon :	995474
Produit(s) confirmé(s) :	Analyse isotopique 13C/14C		
pH mesuré en conf :	5,26	Densité affichée en conf :	1,025
		Réfractomètre n° :	2
		* Densité corrigée :	1,025
CONFIRMATION QUALITATIVE			
Essai n° :	EC 31		
Mode opératoire de préparation :	M-EX- 24	Version :	C
Mode opératoire d'analyse :	M-AN- 52/41	Version :	A/B
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE			
Essai n° :	EC		
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version :	
	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée:			
* Concentration corrigée :			
CONFIRMATION QUANTITATIVE			
Essai n° :			
Mode opératoire de préparation :		Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version :	
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée:			
* Seuil corrigé :			
DEESTAGE RAPIDE			
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>	
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>	
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>	
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>	
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>			
Code opérateur de l'analyste : 49	Code opérateur du responsable : 10		
Date et paraphe : 24/07/06	Date et paraphe : 24/07/06		
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>			
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :			

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable.

USADA 0005

Codification: FEAT-05
Version: B
Date: 13/07/2005

ENREGISTREMENT
SOMMEIL A CONSERVATION DES ECHANTILLONS
Screening for Confirmation (barre la mention inutile)

LNDD

N° Labo
178/07


994173
994179
995474

994173
994179
995474

Ecarts: EA n°:				Reclama: N°:
N°	994178	994179	995174	Operateur
Sexe	M	M	M	V00
Filtrat (F)				Operateur
Volum	95	85	65	44
pH ca 70	5	7	5	64
refract	1.030	1.018	1.026	94
ES06-lm	X	X	X	
ES02-Eph	X	X	X	
ES07-bbs	X	X	X	
ES04-H	X	X	X	
Tg(Elg)	10	10	10	
ES05-MS2	X	X	X	
ES03-cd	X	X	X	
ES04B-LCH	X	X	X	
ES04B-PS	X	X	X	
ES05-HES	X	X	X	
ES07-Epo	X	X	X	
ES01-HBO				
ES02-ATS				

995476 FIE (dc) $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ 6 20 10 10 6 20
présence de Puncti biteur de dérivator.

995478 } Transmitione acetonide inférieure au tout de conformation ne pas
995474 } caféine (dc) en option surveillance AMA. confiner A!
995479 } Morphine $\frac{1}{2}$ 800.

Vérifié par:  Date: 27/4/16

le : 23/07/06 par : V8

le par

LNDD

Enregistrement

Codification : E-Fiche_Labo-01

Version : Q

Date 18/05/2006

Page : 2/2

FICHE DE SUIVI ANALYTIQUE DE RESULTAT
ET DE DESTRUCTION DES ECHANTILLONS

CONCLUSIONS

Essai	Echantillon	RESULTATS ANORMAUX ET RESERVES	Date et Visa
ES		Présence de pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de à une concentration supérieure au/ proche du seuil de (+/-) % pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES		Présence de à une concentration supérieure au/ proche du seuil de (+/-) % pH d (+/-) Dépistage Conf	
ES04 ES05	995473	NB les résultats de(s) l'essai(s) ES04 et ES05 ne sont pas totalement exploitables en raison d'une inhibition de la décoloration due à une interférence matricielle	23/07/06
ES04	995473	T/E éphémère supérieur au seuil de 1,11 µg/L (+/- 30%) concoction chimée et corrigée 1,5 µg/mL (+/- 20%) concoction chimée et corrigée 3,9 µg/mL (+/- 30%) pH 5,2 de 1,03 à 0,95 (1,0-0,007) Screening C6/SM (ES04)	23/07/06 Conf
Si la place est insuffisante pour conclure, utiliser E-Fiche_Labo-01 Bis en complément ; dans ce cas, indiquer le nombre de feuilles utilisées : 1			

RESULTATS NORMAUX	Date et Visa	RESULTATS NORMAUX	Date et Visa
Don 995473 ES02, ES03 et ES05 négatifs Recherche négative pour les essais ES02, ES04 et ES05	23/07/06 ML	IMM JEU DANS LES NORMES POUR L'ESSAI ES06	23/07/06 MS
	Ecart	EPO 994178 - indigérable indigestible autres : absence d'EPO recommandé ES04	23/07/06 Ecart
Recherche négative pour les essais ES03 et ES03B (HA)	22/07/06 AL	HES Recherche d'HEA négative pour l'essai ES08B*	23/07/06 Ecart
	Ecart		

dition du (des) rapport(s) d'analyse : Visa : CL

erification du (des) rapport(s) d'analyse par la LT et l'AO

Conv

Spé

Date et Visa :

AM 25/07/06

Cet enregistrement est à archiver au département Logistique Technique

USADA 0008

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-Fiche-labo-01BIS Version : A Date : 01/07/2004 1/1
FICHE COMPLEMENTAIRE POUR LA CONCLUSION DES RESULTATS ANALYTIQUES		

Numéro de la feuille: 1.....

Numéro de Labo: 178/07.....

Analyses concernées:

- ☐ analyses Conventionnelles Chimie GC ☐ analyses Conventionnelles Chimie LC
☐ analyses Conventionnelles Immunochimie
☒ analyses Spécialisées Chimie GC: ☐ HES ☒ 12C/13C
☐ analyses Spécialisées Biologie: EPO
☐ analyses Spécialisées Biologie (et Chimie): HBOCs

CONCLUSION (à dater et signer par le Responsable technique):

995474 : l'analyse de l'échantillon par spectro de masse de rapport isotopique ($\delta^{13}C$) indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testos ou de l'un de ses précurseurs.
 L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3,93% et 6,14%, respectivement pour les métabolites androstérone et 5 α androstane-2 β -diol.
 Seuil de positivité de l'ATA : appauvrissement isotopique > 3%. ($\pm 0,8\%$ interne au laboratoire).

PH = 52 d = 1,025

le 25/07/06

Peru

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 2/2
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 – 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 1/2
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 2/2
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{ème} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon 995474


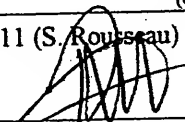

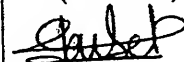

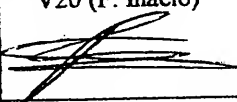
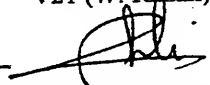

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques


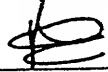

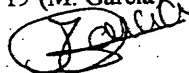
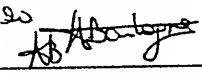
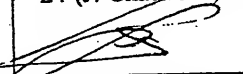
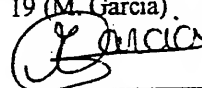
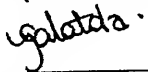
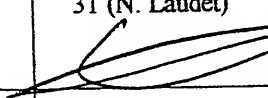
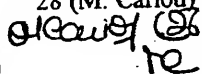


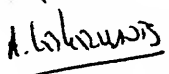
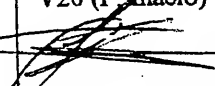
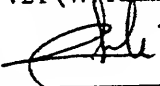

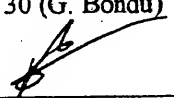

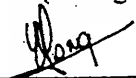
Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

1/2

Période : Semaine du 17 au 21 juillet 2006

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)			SECRETARIAT	
47 (B. Terrine) 	11 (S. Rousseau) 	V13 (J. Azzopardi) Absent	V8 (F. Neveu) 	33 (C. Loubet) 	32 (K. De Min) 
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio) 	V21 (W. Rahali) 	V22 (J. Alexia) 	Secrétaires techniques	
Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF					

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC		
16 (T. Rousseau) 	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	22 (D. Redon) 	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
45 (F. Zavodski) 	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M. Garcia) 	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube	
35 (E. Després) E.D.	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne) so 	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés Remplacements éventuels	
24 (J. Chauveau) 	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	19 (M. Garcia) 	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
37 (C. Galatola) 	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	31 (N. Laudet) 	Confirmation LC/MS ⁿ Remplacements éventuels	
28 (M. Cariou) 	Confirmation GC/MS ⁿ			
23 (R. Barlagne) 	Confirmation GC/MS ⁿ	Développement et remplacements éventuels		
17 (L. Déterpigny) 	Confirmation GC/MS ⁿ	27 (A. Lahaussois) 	V20 (F. Inacio) 	V21 (W. Rahali) 
		V19 (S. Pipard) 	30 (G. Bondu) 	
CONTROLE IRMS				
26 (C. Frelat) 	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu) 	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. Batisse) Absente
				Confirmation IRMS Développement En formation

Chimistes

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	2/2
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB			

Période : Semaine du 17 au 21 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS		CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	44 (L. Martin) <i>LM</i>	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard) <i>AG</i>	Contrôle Transfusion	42 (J.-A. Martin) <i>JAM</i>	Contrôle EPO Développement EPO

Biologistes

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)				
GC/MS ^a		LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) <i>EC</i>	17 (L. Pascaud) <i>LP</i>	14 (I. Bailloux) <i>IB</i>	27 (A. Lahaussais) <i>AL</i>	49 (C. Mongongu) <i>CM</i>
Responsables de secteurs				

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS ^a et LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>NM</i>	10 (Dr. C. Buisson) <i>CB</i>	08 (Dr. F. Lasne) <i>FL</i>
Chefs de département, responsables techniques		

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE			PRESENTATION DES RESULTATS
04 (Dr. A. Molina) <i>AM</i>	29 (A. Laurent) <i>AL</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>NM</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente</i>
Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité	Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse		Chargé d'étude, Responsable de la documentation

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE				
01 (Pr. J. de Ceauriz) <i>JDC</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>NM</i>		08 (Dr. F. Lasne) <i>FL</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>Absente</i>
Directeur du laboratoire	Chefs de département, responsables techniques			Chargé d'étude, Responsable de la doc.

Remarques :

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005	1/2
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB			

Période : Samedi 22 juillet 2006

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)			SECRETARIAT
				33 (C Loubet)
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio)	V21 (W. Rahali)	V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques

Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau) <i>T. Rousseau</i>	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	19 (M. Garcia) <i>M. Garcia</i>	Préparation ES03 (CD) Mise en tube
45 (F. Zavadski) <i>F. Zavadski</i>	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M. Garcia) <i>M. Garcia</i>	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube
16 (T. Rousseau) <i>T. Rousseau</i>	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne) <i>A. Barlagne</i>	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés
17 (L. Déterpigny) <i>Déterpigny (A)</i>	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	27 (A. Lahaussais) <i>A. Lahaussais</i>	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés
37 (C. Galatola) <i>Galatola</i>	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	27 (A. Lahaussais) <i>A. Lahaussais</i>	Confirmation LC/MS ⁿ
18 (E. Cerpolini) <i>E. Cerpolini</i>	Confirmation GC/MS ⁿ		
Développement et remplacements éventuels			
		30 (G. Bondu) <i>G. Bondu</i>	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>
CONTROLE IRMS			
26 (C. Frelat) <i>C. Frelat</i>	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongon) <i>C. Mongon</i>	Confirmation IRMS Développement
			Confirmation IRMS Développement En formation

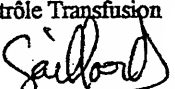
Chimistes

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

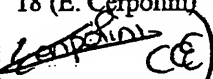
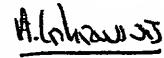
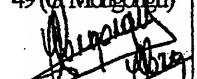

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

2/2

Période : Samedi 22 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS			CONTROLE EPO	
15 (A. Gaillard)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	13 (N. Crépin)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard)	Contrôle Transfusion 		42 (J.-A. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

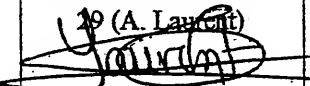
Biologistes

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)				
GC/MS ^a	LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO	
18 (E. Cerpolini)  CE	27 (A. Lahaussais) 	49 (G. Mongon) 	13 (N. Crépin) 	

Responsables de secteurs

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS ^a et LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO et EPO

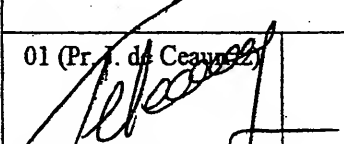
Chefs de département, responsables techniques

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
19 (A. Laurent) 	

Resp. de la logistique technique
et de la gestion des échantillons
Responsable Assurance qualité

Suppléantes pour la vérification des rapports
d'analyse

Chargé d'étude,
Responsable de la documentation

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE			
01 (Pr. J. de Ceuninck) 			

Directeur du laboratoire

Chefs de département, responsables techniques

Chargé d'étude,
Responsable de la doc.

Remarques :

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

1/2

Période : **Dimanche 23 juillet 2006**

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)	SECRETARIAT
		33 (C Loubet)
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio) V21 (W. Rahali) V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques

Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC	
28 (M. Cariou) <i>M. Cariou</i>	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	22 (D. Redon) <i>D. Redon</i>	Préparation ES03 (CD) Mise en tube
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	22 (D. Redon) <i>D. Redon</i>	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube
35 (E. Després) <i>E.D.</i>	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés
12 (R. Pascaud) <i>R. Pascaud</i>	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	23 (R. Barlagne) <i>R. Barlagne</i>	Confirmation LC/MS ⁿ
09 (N. Méchin) <i>N. Méchin</i>	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		
28 (M. Cariou) <i>M. Cariou</i>	Confirmation GC/MS ⁿ		
Développement et remplacements éventuels			
CONTROLE IRMS			
Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu) <i>C. Mongongu</i>	Confirmation IRMS Développement	Confirmation IRMS Développement En formation

Chimistes

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

2/2

Période : Dimanche 23 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS			CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube		44 (L. Martin) <i>LD</i>	Contrôle EPO Développement EPO
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle Transfusion			Contrôle EPO Développement EPO

Biologistes

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)			
GC/MS ^a	LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO
	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>	49 (C. Mongon) <i>C. Mongon</i>	

Responsables de secteurs

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS ^a et LC/MS ^a	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>Dr. N. Méchin</i>		08 (Dr. F. Lasne)

Chefs de département, responsables techniques

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
	09 (Dr. N. Méchin)

Resp. de la logistique technique
et de la gestion des échantillons
Responsable Assurance qualité

Suppléantes pour la vérification des rapports
d'analyse

Chargé d'étude,
Responsable de la documentation

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE			
01 (P. J. de Ceaparis) <i>P. J. de Ceaparis</i>			

Directeur du laboratoire

Chefs de département, responsables techniques

Chargé d'étude,
Responsable de la doc.

Remarques :

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

USADA 0018


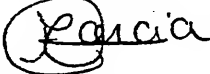
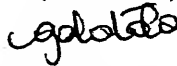







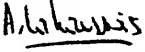
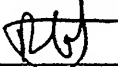
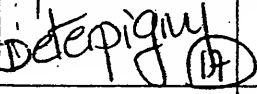
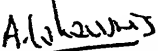


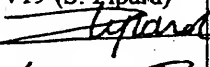

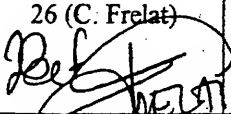
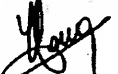
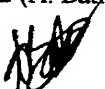
15

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
1/2		
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

Période : Semaine du 24 au 28 juillet 2006

RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)			SECRETARIAT	
47 (B. Terrine) Absente	11 (S. Rousseau)	V13 (J. Azzopardi)	V8 (F. Neveu)	33 (C. Loubet)	32 (K. De Min)

Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF

CONTROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC			
16 (T. Rousseau) 	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	19 (M. Garcia) 	Préparation ES03 (CD) Mise en tube		
37 (C. Galatola) 	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	22 (D. Redon) 	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube		
35 (E. Després) E.D.	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	31 (N. Laudet) 	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés		
24 (J. Chauveau) 	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	22 (D. Redon) 	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés		
45 (F. Zavodski) 	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	20 (A. Barlagne) 	Confirmation LC/MS ⁿ		
28 (M. Cariou) 	Confirmation GC/MS ⁿ	27 (A. Lahaussais) 	Confirmation LC/MS ⁿ		
23 (R. Barlagne) 	Confirmation GC/MS ⁿ	Développement et remplacements éventuels			
17 (L. Déterpigny) 	Confirmation GC/MS ⁿ				
		27 (A. Lahaussais) 	V20 (F. Inacio) 	V21 (W. Rahali) 	
		V19 (S. Pipard) 	30 (G. Bondu) 		
CONTROLE IRMS					
26 (C. Frelat) 	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu) 	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. Batisse) 	Confirmation IRMS Développement En formation

Chimistes

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PLG-01 Version : C Date : 13/09/2005
PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB		

2/2

Période : Semaine du 24 au 28 juillet 2006

CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS		CONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) <i>IR</i>	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	44 (L. Martin) <i>LS</i>	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard) <i>Gaillard</i>	Contrôle Transfusion	42 (J.-A. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

Biologistes

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)					
GC/MS*		LC/MS*		IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) <i>E. Cerpolini</i>	12 (L. Pascual) <i>L. Pascual</i>	14 (I. Bailloux) <i>I. Bailloux</i>	27 (A. Lahaussais) <i>A. Lahaussais</i>	49 (C. Mongongu) <i>C. Mongongu</i>	13 (N. Crépin) <i>N. Crépin</i>

Responsables de secteurs

APPROBATION DES RESULTATS		
GC/MS* et LC/MS*	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>	10 (Dr. C. Buisson) <i>C. Buisson</i>	08 (Dr. F. Lasne) <i>F. Lasne</i>

Chefs de département, responsables techniques

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE			PRESENTATION DES RESULTATS
04 (Dr. A. Molina) <i>A. Molina</i>	09 (A. Laurent) <i>A. Laurent</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>	05 (Dr. S. Ferary) <i>S. Ferary</i>
Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité	Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse		Chargé d'étude, Responsable de la documentation

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE				
01 (Dr. J. de Ceaurio) <i>J. de Ceaurio</i>	09 (Dr. N. Méchin) <i>N. Méchin</i>		08 (Dr. F. Lasne)	05 (Dr. S. Ferary) <i>S. Ferary</i>
Directeur du laboratoire	Chefs de département, responsables techniques			Chargé d'étude, Responsable de la doc.

Remarques :

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

USADA 0020

17

REGISTRE VERBAL DE CONTROLE ANTIDOPAGE / DOPING CONTROL FORM CONFIDENTIEL / CONFIDENTIAL

17.07.2006

Organisme demandant le contrôle / Organisation requesting test	
<input type="checkbox"/> Ministère chargé des Sports <input type="checkbox"/> Direction régionale de la Jeunesse, des Sports <input type="checkbox"/> Fédération nationale <input type="checkbox"/> Fédération internationale	
Type de contrôle / Type of test	
Sexe / Sex M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	Inconnu / Unknown <input type="checkbox"/> Non <input type="checkbox"/>
Compétition	
Internationale <input type="checkbox"/> Nationale <input type="checkbox"/> Régionale <input type="checkbox"/>	Hors compétition En club <input type="checkbox"/> Stage hors club <input type="checkbox"/> Cabinet médical <input type="checkbox"/> Sur <input type="checkbox"/>
Fédération - Discipline / Sport	
Nom de l'épreuve - Ville - CP / Event and place	

Notification de contrôle et accusé de réception / Notification of testing and acknowledgement

Vous êtes convoqué(e) à un contrôle antidopage / You are hereby summoned to appear for doping test

Date / Date

Nom et signature du Délégué Fédéral / Name and signature of Federal Delegate	
Nom et prénom du médecin / Name of doctor (en toutes lettres)	
Signature du Médecin / Signature of Doctor	

Réalisation du contrôle / Test completion

Date du prélèvement / Sampling date	Quantité totale d'urine / Total amount of urine (ml)
Echantillons A et B / Samples A and B	Densité / Specific gravity
Code Flacon (et container) n° / bottle Code	pH / pH
BUR995474 	

Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample

Médicaments / Drugs	
<input type="checkbox"/> OUI <input type="checkbox"/> NON <input type="checkbox"/>	
Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used	
Éventuellement nom du médecin prescripteur	

Commentaires sur la procédure / Comments on procedure

Confirmation / Confirmation	
Signature du Délégué Fédéral / Signature of Federal Delegate	
Signature du Médecin / Signature of Doctor	

USADA 0021

Vérifiés par : V
Conforme ☒ non conforme ☐
N° écart :

FICHE DESTINÉE AU LABORATOIRE NATIONAL DE DÉPISTAGE DU DOPA

Joindre obligatoirement les PV et cette fiche avec les prélèvements biologiques !

2006
17/07

Identification du médecin avant effectué les prélèvements :

Nom/Prénom (en lettres majuscules) : BORDABERRY Gérald

Adresse : 4 Av. Vian

64500 St Jean de Luz Téléphone : 05.52.51.16.00

Identification des contrôles : ☒ En compétition ☐ Hors Compétition

Le contrôle a-t-il été diligenté par une D.R.J.S. : oui ☐ non ☒ si oui laquelle :

Fédération : FFC VCI Gelsen

Nom de l'épreuve : Tour de France 17^e étape

Lieu : MORZINE Date : 20/07/06

N° prélèvements :

M O F	M O F	M O F	M O F
BUR994179	BUR995474	BUR994178	
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M O F	M O F	M O F	M O F
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M O F	M O F	M O F	M O F
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum

Commentaires :

Tracabilité de la chaîne du froid :

Trajet : Lieu de prélèvement/domicile (ou cabinet) : Ambiant ☐ +4°C ☒ -20°C ☒
Stockage sur le lieu de collecte : Ambiant ☐ +4°C ☒ -20°C ☐

Lieu de collecte (adresse où s'est effectué l'enlèvement des échantillons) :

Dénomination (Domicile/cabinet/laboratoire...) : Unité Stab A50

Adresse : Tour de France

Enlèvement effectué le : 20/07/06

Reçu au LNDD le : 20 JUIL. 2006

Chatenay-Malabry, le 20/07/2006

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS
(Echantillons et Documents)

Du Docteur : BORDABERRY, Gérard

du 20/07/2006

Transporteur : DYNAPOST

N° du Bordereau d'expédition :

Date Réception des prélèvements : 20/07/2006

Des Documents : 20/07/2006

Organisme : Cyclisme (UCI)

Epreuve et Lieu : TDF 2006 étape n°17 à Morzine

Nombre total d'échantillons recus : A + B

Numéro(s) des échantillon(s) :

994178 994179 995474

Numéro(s) Laboratoire attribué(s) : 178/07

Commentaires :

Adeline MOLINA-PAUL
Responsable Logistique

DRJS :



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-EA-01 Version : D Date : 29/01/2006 1/1
ECART ANALYTIQUE N° 96		

CONSTATE par : Nom de l'Opérateur : GALATOLA Le : 21/7/06 Signature : Galatola

NOM de l'appareil : MD 18, 19, 21, 23 NUMERO de séquence :

Screening ☒ ou Confirmation ☐ TYPE de famille : Anabo H

SERIE ET NUMERO(S) d'échantillon(s) :

DESCRIPTION DE L'ECART : 3'OU stanozolol faible dans tous les recal 028 alors que les autres produits sont OK et répondent comme dans un nouveau recal c'est à dire 2 fois moins fort environ que les derniers points du recal 026

PARTIE A REMPLIR AVEC LE RESPONSABLE

TRANSMISE AU RESPONSABLE : Nom : DECHU Le : 21/7/06

MESURE IMMEDIATE PRISE : Acceptation car ça OK et produit servant à tester l'appareil mais ne servant pas à calibrer

DECISION SUR L'ACCEPTABILITE DE L'ECART : (le N° de tout écart doit être reporté sur la fiche labo)

- Est-ce une déviation par rapport :

- ☐ à l'Essai accrédité, si oui lequel :
☐ à l'Essai validé mais non accrédité, si oui lequel :
☒ à un document qualité de prescription, si oui lequel : I.V. 10A

- Pondération de la déviation :

- ☒ très mineure (elle ne compromet pas le résultat et conduit à un résultat qui reste couvert par la portée d'accréditation)
☐ mineure (elle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la portée d'accréditation, HP à écrire sur la fiche labo)
☐ majeure (elle peut influencer sur le résultat), en quoi :

En cas de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse :

- ☐ par un Nota Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche labo)
☐ par un résultat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)

CAUSE(S) PROBABLE(S) :

Erreur de concentration de la solution mic de 3'OU stanozolol

ACTION(S) CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart) : N° 5

Réunion de tous les aliquots de recal 018, ajout de 1,6 ml de sol de 3'OU stano à C = 0,1 mg/ml. Résuliquotage de la solution obtenue (113,014)

Mesure(s) Préventive(s) (action visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart) : N°

Date et Signature de l'Opérateur si AC et/ou AP décidée(s) Galatola	Date et Signature du Responsable 21/7/06	Date et Signature du RAO 21/07/06 P/O
---	---	--

21/7/06

Cet enregistrement est à transmettre à l'Assurance Qualité

SECTION 2
TECHNICAL PART

SECTION 2

TECHNICAL PART

2.1 Immunological screening

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL **SPECIMEN**

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : **E-TE-02C** pour une analyse de screening, **E-TE-03G** pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

02 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

*Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube **I-TE-03**.*

*Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon **I-CONF-06**.*

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires **M-E-04** et **M-V-13**.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire **M-TE-05**. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes **E-TE-02C**.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

**SPECIMEN
CONFIDENTIEL**

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-jj'm'm'-n'

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée
jj'm'm' = date de mise en tube
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)

S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif. + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

6 Sélectionner "F6 Ajouter"

7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.

8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH

Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

SPECIMEN

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

CONFIDENTIEL

9 Sélectionner "F6 Ajouter"

10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG

Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

11 Sélectionner "F6 Ajouter"

12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"

13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur **C-MA-Axsym** Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 4 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.
- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"
- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture **I-LEC-06** (dépistage rapide) ou **I-LEC-06B** (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "**E-Remis-06**" ou "**E-Remisconf-01**"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 UI/L) **AXR11-AB**.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent **Dil-AB**.

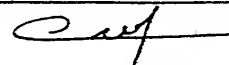
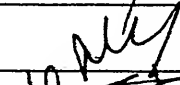
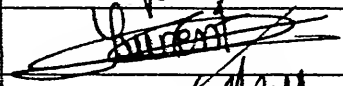
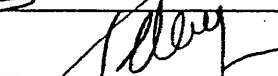
Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.
Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction **I-M-11**.

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 5 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquots, mais il n'était écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE02C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 2100

Lot calibrateurs β -hCG

36 467 2100

Lot contrôles LH

36 612 2100

Lot contrôles β -hCG

35 330 2100

Lot réactifs LH

40 622 2100

Lot réactifs β -hCG

39 586 2100

Séries

177/07

178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.07.06. ①

Code blanc urinaire

2107-1-Blu-2107-1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Parapher
Congélation éventuelle	-	h	Congel.	-
Décongélation		h	ou CH-FR.	
Prise en charge de la mise en tube	210706	10 ^h 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	210706	10 ^h 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	210706	10 ^h 20	Refrig. (3 ou CH-FR.	IR
Destruction des tubes	210706	12 ^h 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE
143 avenue ROGER SALENGRO
92290 CHATENAY MALABRY
IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474
IDP:
Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date : 21/07/06
Opérateur : M
Résultats : ☒ Dans les normes
☐ A vérifier
Remarques :
.....
.....

NE

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

02 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

**SPECIMEN
CONFIDENTIEL**

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-jj'm'm'-n'

avec :
jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée
jj'm'm' = date de mise en tube
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)

S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

6 Sélectionner "F6 Ajouter"

7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.

8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH

Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

SPECIMEN

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

CONFIDENTIEL

9 Sélectionner "F6 Ajouter"

10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG

Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

11 Sélectionner "F6 Ajouter"

12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"

13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur **C-MA-Axsym** Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 4 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.

- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"

- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 U/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.

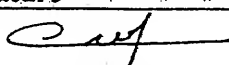
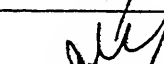
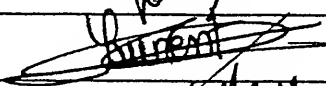

Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 5 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquos, mais il n'étati écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE02C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 2100

Lot calibrateurs β -hCG

36 467 2100

Lot contrôles LH

36 612 2100

Lot contrôles β -hCG

35 330 2100

Lot réactifs LH

40 622 2100

Lot réactifs β -hCG

39 526 2100

Séries

177/07

178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.07.06. ①

Code blanc urinaire

2107-1-Blu-2107-1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Signature
Congélation éventuelle	—	h	Congel.	ou
Décongélation		h	CH-FR.	
Prise en charge de la mise en tube	210706	10 ^h 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	210706	10 h 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	210706	10 ^h 20	Refrig. 13	ou
			CH-FR.	IR
Destruction des tubes	210706	12 h 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE
143 avenue ROGER SALENGRO
92290 CHATENAY MALABRY
IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474
IDP:
Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date : 21/07/06
Opérateur : Al
Résultats : ☒ Dans les normes
☐ A vérifier
Remarques :
.....
.....

ne

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

02 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

SPECIMEN
CONFIDENTIEL

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-jj'm'm'-n'

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée
jj'm'm' = date de mise en tube
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)
S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

- 6 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.
- 8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec : jjmm = date d'analyse
 n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH
Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

SPECIMEN

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

CONFIDENTIEL

- 9 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec : jjmm = date d'analyse
 n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG
Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 11 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"
- 13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur **C-MA-Axsym Echantillons**.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 4 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.
- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"
- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 U/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

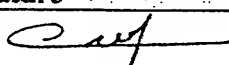
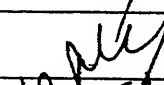
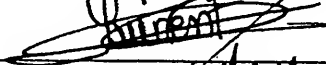
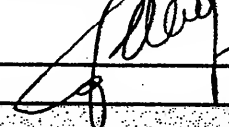
Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.
Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date :27/02/2006 5 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquos, mais il n'étati écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE02C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 2100

Lot calibrateurs β -hCG

36 467 2100

Lot contrôles LH

36 612 2100

Lot contrôles β -hCG

35 330 2100

Lot réactifs LH

40 622 2100

Lot réactifs β -hCG

39 526 2100

Séries

177/07

178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.07.06. ①

Code blanc urinaire

2107-1-Blu-2107-1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Congélation éventuelle	—	h	Congel.	—
Décongélation		h	ou CH-FR.	
Prise en charge de la mise en tube	210706	10 ^h 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	210706	10 h 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	210706	10 ^h 20	Refrig. 13 ou CH-FR.	IR
Destruction des tubes	210706	12 h 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE
143 avenue ROGER SALENGRO
92290 CHATENAY MALABRY
IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474
IDP:
Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date: 21/07/06
Opérateur: 41
Résultats: ☒ Dans les normes
☐ A vérifier
Remarques:

ne

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

02 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

SPECIMEN
CONFIDENTIEL

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-jj'm'm'-n'

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée
jj'm'm' = date de mise en tube
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)
S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

- 6 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.
- 8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec : jjmm = date d'analyse
 n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH
Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

SPECIMEN

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

CONFIDENTIEL

- 9 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec : jjmm = date d'analyse
 n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG
Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 11 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"
- 13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur **C-MA-Axsym** Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 4 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.
- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"
- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 UI/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

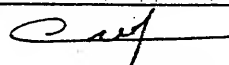
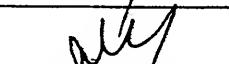
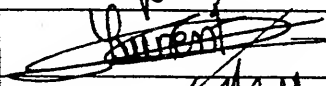
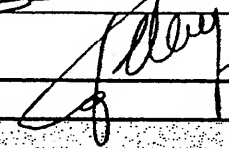
Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.
Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date :27/02/2006 5 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquots, mais il n'était écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE-02C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 2100

Lot calibrateurs β -hCG

36 467 2100

Lot contrôles LH

36 612 2100

Lot contrôles β -hCG

35 330 2100

Lot réactifs LH

40 622 2100

Lot réactifs β -hCG

39 526 2100

Séries

177/07

178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.07.06. ①

Code blanc urinaire

2107-1-Blu-2107-1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Paraphes
Congélation éventuelle		h	Congel. ou CH-FR.	
Décongélation		h		
Prise en charge de la mise en tube	21/07/06	10 ^h 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	21/07/06	10 ^h 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	21/07/06	10 ^h 20	Refrig. 13 ou CH-FR.	IR
Destruction des tubes	21/07/06	12 ^h 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE
143 avenue ROGER SALENGRO
92290 CHATENAY MALABRY
IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474
IDP:
Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date: 21/07/06
Opérateur: AL
Résultats: ☒ Dans les normes
☐ A vérifier
Remarques:

NE

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 1 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG.

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; J-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

02 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"
- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C ; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 2 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG ; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

**SPECIMEN
CONFIDENTIEL**

- 1 Sélectionner "Liste des demandes"
- 2 Sélectionner "F6 Patient"
- 3 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-j'j'm'm'-n'

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée
j'j'm'm' = date de mise en tube
n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 4 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 5 Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex : 123/12 123456)

Notes

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 3 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456)
S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif
+ lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro
échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

- 6 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 7 Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.
- 8 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ LH
Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

SPECIMEN

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

CONFIDENTIEL

- 9 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec : jjmm = date d'analyse
n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex : "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG
Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit d'une vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.
De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

- 11 Sélectionner "F6 Ajouter"
- 12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"
- 13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur C-MA-Axsym Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 4 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.
- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.
- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"
- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

SPECIMEN

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH : dilution avec le calibrateur A (0 U/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

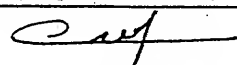
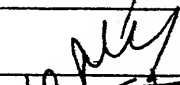
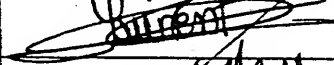
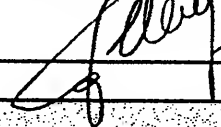
Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2.
Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.
- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-08 Version : J Date : 27/02/2006 5 / 5
ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	27/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. - Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquots, mais il n'était écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-TE¹²C

Version : H

Date : 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire

M-An-08

Version

J

Lot calibrateurs LH

36 613 2100

Lot calibrateurs β -hCG

36 467 2100

Lot contrôles LH

36 612 2100

Lot contrôles β -hCG

35 330 2100

Lot réactifs LH

40 622 2100

Lot réactifs β -hCG

39 526 2100

Séries

177/07

178/07

Remis

Mise en tube : date et n°

21.06.01

Code blanc urinaire

2107-1-Blu-2107-1

Opération	Date	Heure	Identification du matériel utilisé	Paraphé
Congélation éventuelle		h	Congel. ou CH-FR.	
Décongélation		h		
Prise en charge de la mise en tube	21/07/06	10 ^h 10	Sans objet	IR
Vortex et centrifugation	21/07/06	10 ^h 10	Centri. 8	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	21/07/06	10 ^h 20	Refrig. 13 ou CH-FR.	IR
Destruction des tubes	21/07/06	12 ^h 00	Sans objet	IR

Remarques

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-Imm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE
143 avenue ROGER SALENGRO
92290 CHATENAY MALABRY
IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

IDE: 178/07 995474
IDP:
Nom:

Date: 21/07/06

DOSAGE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES
BhCG 21/07/06 10:59	1.45 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 12.00
LH 21/07/06 11:09	1.09 IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00

Date: 21/07/06
Opérateur: AL
Résultats: ☒ Dans les normes
☐ A vérifier
Remarques:
.....
.....

ne

SECTION 2
TECHNICAL PART

2.2 Natural hormone screening

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-SCREENING Date : 31/03/2006 1/1
SPECIMEN	LISTE DES ESSAIS DE DEPISTAGE RAPIDE	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

CODE de l'Essai	MATRICE analysée	ABREGE de la famille recherchée	INTITULE de l'Essai	MODE OPERATOIRE DE PREPARATION	MODE OPERATOIRE D'ANALYSE
ES02	Urine	BBS	Recherche par CG/SM de molécules basiques extractibles par SPE échangeuse de cations-Méthode de semi-quantification de la Morphine	M-EX-02	M-AN-04
ES02C	Urine	EPH	Recherche et semi-quantification des éphédrines	M-EX-02	M-AN-02C
ES03	Urine	CD	Recherche par CLHP/UV/SM de diurétiques et corticostéroïdes	M-EX-03G	M-AN-32
ES03B	Urine	LCH	Recherche par CLHP/SM multiétage d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31
ES03C	Urine	LCHQ	Recherche par CLHP/SM d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31B
ES04	Urine	ANABO (ou H)	Recherche CG/SM de molécules à effet anabolisant et autres molécules extractibles par SPE apolaire avec semi-quantification des stéroïdes endogènes et des molécules à seuil de positivité	M-EX-04	M-AN-06B
ES05	Urine	ANABO (ou MS2)	Recherche CG/SM/SM de molécules à effet anabolisant	M-EX-04	M-AN-07B
ES06	Urine	IMM (ou Immunologie)	Dosage par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β -hCG	M-AN-08	M-AN-08
ES07	Urine	EPO	Analyse par focalisation et double immunoblotting d' isoformes des erythropoïétines	M-EX-25	M-AN-43
ES08	Urine	HES ou HEA	Recherche de l'hydroxyéthylamidon par CG/SM	M-EX-22	MAN35Sc
ES08B	Urine	PS	Recherche de polysaccharides par colorimétrie	M-EX-50	M-AN-55

ESS01	Sang	HBOCs	Recherche d' Hemoglobin-Based Oxygen Carriers par électrophorèse	CONFIDENTIEL
ESS02	Sang	Transfusion sanguine (TS)	Recherche des transfusions sanguines homologues par cytométrie en flux	

N.B: Les codes des essais sont inscrits en gras lorsqu'ils sont dans la portée d'accréditation valide

EVOLUTIONS

Date de création	Motif	Date diffusion
02/2006	<ul style="list-style-type: none"> - Le mode opératoire de préparation dans l'ESO3 a changé ce n'est plus le M-EX-03B mais le M-EX-03G Cf. E-INFO n°56. - Dans l'ESS01 le mode opératoire d'analyse n'est plus le M-AN-53. - Ajout de l'ES08B. - Ajout de l'ES02B. - Suppression de l'essai ES10 (Mésocarb par GC/MS) 	16/03/2006
03/2006	Modification de l'ESO2B en ES02C	17/03/2006
J	Modification du Mode Opératoire d'analyse de l'ESO4 (M-AN-06B au lieu de M-AN-06).	31/03/2006

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04
		Version : D
		Date : 03/11/2005
		1 / 3
METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

Documents utilisés: M-P-03B, I-N-25, I-M-01, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-TE-02J

SPECIMEN

OPÉRATIONS	MATÉRIEL	RÉACTIFS ET PRODUITS
Prise d'essai = 2 mL	Tubes 16x100 Pipette 1-5 mL, cônes de 5 mL	
Ajouter 100 µL de SIm02	Pipette Eppendorf à déplacement positif Combitips	Solution de 17αmethyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide + salbu D3 (CH-FR.1)
Agiter au vortex	Vortex	
Ajuster à pH = 7 en agitant au vortex	Papier pH 0-14 Vortex	Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH=6.5	Dispensette	Solution tampon pH 6.5 (CH-FR.1)
Agiter au vortex	Vortex	
Ajouter une goutte de β-glu	Flacon compte goutte	β-glu: β-glucuronidase (CH-FR.1)
Agiter au vortex Boucher les tubes	Vortex Bouchons	
Hydrolyser 1h à 55°C	Etuve	
Laisser refroidir à température ambiante		
Ajouter 100 µL de tampon pH=11	Pipette Eppendorf à déplacement positif Combitips	Solution tampon pH 11
Agiter au vortex	Vortex	
Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex	Papier pH 7-14 Vortex	Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse à 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant	Tubes à hémolyse 12,5x100	
Extraire par SPE selon la méthode ANABO Cf I-N-25 et I-M-01	Gilson ASPEC XL4 Cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL Bouchons d'étanchéité Tubes à hémolyse 12,5x75	

CONFIDENTIEL

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le

03 NOV. 2005

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04 Version : D Date : 03/11/2005 2 / 3
METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

**SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET:
BOUCHER ET STOCKER LES TUBES
A +4°C
(temps de conservation max : 3 jours)**

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75
CH-FR-1

Evaporer jusqu'à séchage complet
(de 20 à 30 min)

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes

Azote

Sous la hotte et à température ambiante
Ajouter 50 µL de réactif H
et boucher les tubes

Seringue

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75

Solution de réactif H (CH-FR.1)
Cf M-P-03B

Agiter au vortex

Vortex

Dérivier 20 min à 60°C

Bain à sec
Tubes fermés

Conditionner en vials préalablement
identifiés selon I-TRAC-01
En prélevant d'abord ~ 21 µL pour la MS2
puis ~ 20 µL pour les H

Vial polypropylène à insert 200 µL
Capsule à sertir

**SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET:
CONSERVER LES VIALS A
TEMPERATURE AMBIANTE
(temps de conservation max: 24 h)**

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04 Version : D Date : 03/11/2005 3 / 3
METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

Enon	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	<i>Marjorie Cariou</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	<i>Nathalie Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	<i>Aurélie Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	03/11/2005	<i>Jacques De Ceaurriz</i>

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
B	rassemblement de M-EX-04, M-EX-04F, G et H, ne plus mettre dans le titre le critère "hydrolyse" .Ajouter ce critère ainsi que celui du réactif utilisé dans le contenu du doc.	17/03/2003
C	<ul style="list-style-type: none"> - Ajout d'une étape pour la préparation des échantillons lorsqu'ils doivent être re préparés pour Salbutamol > 500ng/ml - Précision sur l'homogénéisation de l'échantillon (vortex) (E-INFO du 17/03/04) - Ajout de l'étape de remplissage de la fiche de préparation E-TE-02J (action 7, audit 26) - L'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) - Mode opératoire concernant uniquement les échantillons et non plus le recal et mix (création de M-EXMIX-04). 	03/12/2004
D	Note d'information N°38: si salbutamol > 500ng/mL, ne plus remettre l'échantillon. Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage plus rapide avec l'azote qu'avec l'air). Précision d'une étape : vortexer les tubes après ajout du réactif H.	03/11/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-04 Version : B Date : 03/11/2005 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

Documents utilisés: I-N-25, I-M-01, M-P-03B, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-PMIX-04

CONFIDENTIEL

OPÉRATIONS		MATÉRIEL	RÉACTIFS ET PRODUITS
RECAL H	MIX MS2		
Prise d'essai = 3 mL de tampon pH 6,5	Prise d'essai = 2 mL de blanc urinaire + 1 mL de tampon pH 6,5	Tubes 16x100 Pipette 1-5 mL Cônes	Blanc urinaire < 5 jours (CH-FR.1) Solution tampon pH 6,5 (CH-FR.1)
Ajouter 50 µL de Recal H	Ajouter 50 µL de Mix MS2	Seringues de 50 µL	Solution de Recal H (CH-FR.1) Solution de mix MS2 (CH-FR.1)
Ajouter 100 µL de THC-M		Seringues de 50 µL	Solution de THC-M: STUP 32 (CH-FR.1)
Agiter au vortex		Vortex	
Ajouter 100 µL de SIm02		Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips	Solution de 17α méthyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide + salbu D3 (CH-FR.1)
Agiter au vortex		Vortex	
Ajouter 100 µL de tampon pH=11		Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips	Solution tampon pH 11
Agiter au vortex		Vortex	
Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex		Papier pH7-14 Vortex	Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Centrifuger 5 min		Centrifugeuse à 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant		Tubes à hémolyse 12,5x100	URANCE QUALITÉ LNDD
Extraire par SPE selon la méthode ANABO Cf I-N-25 et I-M-01		Gilson ASPEC XL4, cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL, bouchons d'étanchéité, tubes à hémolyse 12,5x75	
Evaporer jusqu'à séchage complet (de 20 à 30 min)		Bain à sec à 60 °C + Soufflettes	Azote
Sous la hotte et à température ambiante Ajouter 50 µL de réactif H et boucher les tubes		Seringue Bouchons pour tubes 12,5x75	Solution de réactif H Cf M-P-03B (CH-FR.1)
Agiter au vortex		Vortex	
Dérivé 20 min à 60°C		Bain à sec Tubes fermés	
Conditionner en vials préalablement identifiés selon I-TRAC-01		Vial polypropylène à insert 200 µL Capsule à sertir Pipette, cônes 200 µL	

SPECIMEN

APPLICABLE le

03 NOV. 2005

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-04 Version : B Date : 03/11/2005 2 / 2
METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	<i>M. Cariou</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	<i>N. Mechin</i>
vérifié par	Aurélien LAURENT	03/11/2005	<i>A. Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	03/11/2005	<i>J. De Ceaurriz</i>

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	03/12/2004
B	Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage à l'azote plus rapide qu'avec de l'air). Précision d'une étape : vortexer les échantillons après avoir ajouté le réactif H.	03/11/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : C Date : 09/07/2004 1/1
COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE		

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s): M_EXMIX_04

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application:..... date de fin d'application:

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: 12/7/5

Modification apportée:

Lors de la préparation du Mix 1152, ajouter :
 • 50 µl de Mix 1152 (comme indiqué dans le mode opératoire)
 + 10 µl de MIX bis

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD
ASSURANCE QUALITÉ

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:



Identification par un NUMERO... 40

et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant au Département Assurance Qualité

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-02J Version : B Date : 18/07/2006 1/1
DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES		

Mode opératoire d'extraction : M-EX-04

Version: D

Date et n° de la mise en tube : 21107106-①

Code du CQ H: 028C

CO*, densité et pH du BLU** : 45 d: 1,005
pH: 7

Code du CQ MS2: 007 B

n° Séries
ou Echantillons :

R 159127 994277 ; R160127 994183 - 994181;
~~128102~~ 147107

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO* + paraphe
Stockage à +4°C	/		/		/
Ajout du SIm02	21107106	9R40		Code du SIm02 : 031A	ED 35
Mise à pH 7	21107106	9R45		Code du tampon pH 6.5: T060606-11	ED 35
Hydrolyse	21107106	9R50	10R55	DLU*** de la βglu: 16108106 Etuve n°: 5	ED 35
Mise à pH 9	21107106	11R15		Code du tampon pH 11: 250106	ED 35
Extraction	21107106	11R30	13R30	Gilson n°: 1	ED 35
Stockage à +4°C	/	/	/		/
Evaporation	21107106	13R30	14R20	Bain à sec n°: 7	ED 35
Dérivation	21107106	14R23	14R43	DLU *** du réactif H: 0268106 Bain à sec n°: 11	ED 35
Mise en vial	21107106	14R45			ED 35

* CO : Code Opérateur - ** BLU : Blanc Urinaire - ***DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C- Fiche de suivi ANABO et une photocopie est à mettre dans le dossier de chaque série.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-PMIX-04 Version : C Date : 18/07/2006 1/1
DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DU MIX ET RECAL		

Mode opératoire de préparation :

M-EXMIX-04

Version :

B

Préparation n° :

1

CO*, densité, pH du BLU** :

45 d: 1,005
pH: 7

Code du RECAL H :

028A

Code du THC-M :

STUP32-019-1C

Code du MIX MS2 :

016B Fluorid
03

Code du tampon pH 6,5 :

T060606-11

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO** paraphe
Ajout du SIm 02	2010106	AR10		Code du SIm 02 : 031A	ED 35
Mise à pH 9	2010106	AR15		Code du tampon pH 11 : 250106	ED 35
Extraction	2010106	AR30	216106 AR30	Gilson n° : 1	ED 35
Evaporation	216106	9R05	9R30	Bain à sec n° : 18	ED 35
Dérivation	2161106	9R31	9R51	DLU *** du réactif H : 0268106 Bain à sec n° : 11	ED 35
Mise en vial	216106	9R51			ED 35

* CO : Code Opérateur

** BLU : Blanc Urinaire

*** DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C- PMIX

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS: GC MSD

C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN06B_B.M

Control Information

Sample Inlet : GC
Injection Source : GC/ALS
Injection Location : ALS
Use MS : Yes

6890 GC METHOD

GEN

Initial temp: 170 'C (On) Maximum temp: 325 'C
Initial time: 0.00 min Equilibration time: 0.50 min
Ramps:
Rate Final temp Final time
1 3.00 230 0.00
2 30.00 300 4.67
3 0.0(Off)
Post temp: 0 'C
Post time: 0.00 min
Run time: 27.00 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

BACK INLET (UNKNOWN)

Mode: Split
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 170.0 kPa (On)
Split ratio: 10:1
Split flow: 13.2 mL/min
Total flow: 17.8 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091Z-008

(not installed)

Max temperature: 325 'C
Nominal length: 17.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 170.0 kPa
Nominal initial flow: 1.3 mL/min
Average velocity: 59 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

(No Detectors Installed)

HERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater

USADA 0045

Description:

Initial temp: 300 'C (On)

Initial time: 0.00 min

#	Rate	Final temp	Final time
1	0.0(Off)		

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time	Specifier	Parameter & Setpoint
------	-----------	----------------------

GC Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	3
Injection Volume	2.00 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PreInj Solvent A Washes	3
PreInj Solvent B Washes	3
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

0 parameters specified

Column 1 Inventory Number : hp

Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Run File	: atune.u
Acquisition Mode	: Scan/SIM

Information

Solvent Delay	: 3.00 min
---------------	------------

4 Absolute	: False
4 Offset	: 200
Resulting EM Voltage	: 1964.7

Raw Scan Parameters]

Low Mass	: 50.0
High Mass	: 800.0
Threshold	: 150
Sample #	: 1
A/D Samples	: 2

Sim Parameters]

GROUP 1	
Group ID	: 1
Resolution	: Low
Not 1 Ion	: 86.00
ns/Dwell In Group	(Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
	(71.00, 10) (86.00, 10) (100.10, 10)
	(178.10, 10) (223.20, 10) (266.20, 10)
	(294.20, 10) (295.20, 10) (333.30, 10)
	(348.30, 10) (356.30, 10) (369.30, 10)

(371.30,	10)	(372.30,	10)	(377.30,	10)
(392.30,	10)	(426.40,	10)	(440.40,	10)
(441.40,	10)				

GROUP 2
 Group ID : 2
 Resolution : Low
 Group Start Time : 4.00
 Plot 1 Ion : 86.00
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(86.00,	10)	(178.10,	10)	(266.20,	10)
(300.30,	10)	(333.30,	10)	(335.30,	10)
(348.30,	10)	(369.30,	10)	(371.30,	10)
(372.30,	10)	(440.40,	10)	(441.40,	10)

GROUP 3
 Group ID : 3
 Resolution : Low
 Group Start Time : 5.00
 Plot 1 Ion : 86.00
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(72.00,	10)	(86.00,	10)	(98.00,	10)
(104.10,	10)	(175.10,	10)	(190.10,	10)
(200.20,	10)	(209.20,	10)	(217.20,	10)
(234.20,	10)	(266.20,	10)	(275.20,	10)
(276.20,	10)	(291.20,	10)	(293.20,	10)
(300.30,	10)	(308.30,	10)	(309.30,	10)
(335.30,	10)	(361.30,	10)	(410.40,	10)
(417.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(491.40,	10)	(505.50,	10)	(520.50,	10)

GROUP 4
 Group ID : 4
 Resolution : Low
 Group Start Time : 10.00
 Plot 1 Ion : 86.00
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(86.00,	10)	(143.10,	10)	(194.10,	10)
(235.20,	10)	(272.20,	10)	(358.30,	10)
(362.30,	10)	(405.40,	10)	(417.40,	10)
(420.40,	10)	(422.40,	10)	(432.40,	10)
(436.40,	10)	(448.40,	10)	(491.40,	10)
(505.50,	10)	(520.50,	10)		

GROUP 5
 Group ID : 5
 Resolution : Low
 Group Start Time : 11.50
 Plot 1 Ion : 169.10
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(169.10,	10)	(225.20,	10)	(241.20,	10)
(275.20,	10)	(315.30,	10)	(329.30,	10)
(341.30,	10)	(405.40,	10)	(417.40,	10)
(419.40,	10)	(420.40,	10)	(422.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(434.40,	10)	(438.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)				

GROUP 6
 Group ID : 6
 Resolution : Low
 Group Start Time : 13.00
 Plot 1 Ion : 91.00
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(91.00,	10)	(144.10,	10)	(169.10,	10)
(194.10,	10)	(209.20,	10)	(220.20,	10)
(225.20,	10)	(241.20,	10)	(270.20,	10)
(275.20,	10)	(310.30,	10)	(315.30,	10)
(326.30,	10)	(329.30,	10)	(341.30,	10)
(343.30,	10)	(345.30,	10)	(353.30,	10)
(393.30,	10)	(395.30,	10)	(405.40,	10)
(417.40,	10)	(419.40,	10)	(431.40,	10)

(432.40,	10)	(433.40,	10)	(434.40,	10)
(435.40,	10)	(443.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)	(482.40,	10)	(485.40,	10)

GROUP 7
 Group ID : 7
 Resolution : Low
 Group Start Time : 14.00
 Plot 1 Ion : 130.10
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(129.10,	10)	(130.10,	10)	(194.10,	10)
(206.20,	10)	(208.20,	10)	(209.20,	10)
(220.20,	10)	(221.20,	10)	(234.20,	10)
(270.20,	10)	(275.20,	10)	(307.30,	10)
(322.30,	10)	(326.30,	10)	(339.30,	10)
(341.30,	10)	(343.30,	10)	(345.30,	10)
(353.30,	10)	(360.30,	10)	(368.30,	10)
(412.40,	10)	(413.40,	10)	(415.40,	10)
(417.40,	10)	(428.40,	10)	(430.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(433.40,	10)
(434.40,	10)	(435.40,	10)	(437.70,	10)
(443.40,	10)	(444.40,	10)	(446.40,	10)
(448.40,	10)	(452.40,	10)	(485.40,	10)

GROUP 8
 Group ID : 8
 Resolution : Low
 Group Start Time : 15.00
 Plot 1 Ion : 130.10
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(129.10,	10)	(130.10,	10)	(143.10,	10)
(157.10,	10)	(195.10,	10)	(206.20,	10)
(208.20,	10)	(234.20,	10)	(270.20,	10)
(284.20,	10)	(301.30,	10)	(331.30,	10)
(343.30,	10)	(360.30,	10)	(415.40,	10)
(417.40,	10)	(421.40,	10)	(430.40,	10)
(431.40,	10)	(432.40,	10)	(437.40,	10)
(446.40,	10)	(448.40,	10)	(449.40,	10)
(451.40,	10)	(452.40,	10)	(466.40,	10)
(468.40,	10)	(522.50,	10)		

GROUP 9
 Group ID : 9
 Resolution : Low
 Group Start Time : 16.50
 Plot 1 Ion : 246.20
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(246.20,	10)	(301.30,	10)	(355.30,	10)
(371.30,	10)	(393.30,	10)	(424.40,	10)
(431.40,	10)	(439.40,	10)	(441.40,	10)
(445.40,	10)	(446.40,	10)	(456.40,	10)
(460.40,	10)	(473.40,	10)	(488.40,	10)
(507.20,	10)	(522.50,	10)		

GROUP 10
 Group ID : 10
 Resolution : Low
 Group Start Time : 17.40
 Plot 1 Ion : 117.10
 Ions/Dwell In Group

(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)	(Mass,	Dwell)
(117.10,	10)	(205.20,	10)	(267.20,	10)
(279.20,	10)	(282.20,	10)	(301.30,	10)
(319.30,	10)	(355.30,	10)	(371.30,	10)
(413.40,	10)	(441.40,	10)	(445.40,	10)
(456.40,	10)	(460.40,	10)	(473.40,	10)
(488.40,	10)	(489.40,	10)	(501.50,	10)
(503.50,	10)	(504.50,	10)	(516.50,	10)
(518.50,	10)				

GROUP 11
 Group ID : 11

Group Start Time : 18.50
 Plot 1 Ion : 143.10
 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
 (58.00, 10) (72.00, 10) (143.10, 10)
 (294.20, 10) (307.30, 10) (319.30, 10)
 (335.30, 10) (387.30, 10) (393.30, 10)
 (402.40, 10) (405.40, 10) (429.40, 10)
 (430.40, 10) (431.40, 10) (433.40, 10)
 (445.40, 10) (454.40, 10) (462.40, 10)
 (469.40, 10) (470.40, 10) (503.50, 10)
 (505.50, 10) (507.50, 10) (517.50, 10)
 (518.50, 10) (520.50, 10) (522.50, 10)
 (532.50, 10) (552.50, 10) (627.60, 10)

GROUP 12
 Group ID : 12
 Resolution : Low
 Group Start Time : 20.00
 Plot 1 Ion : 143.10
 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
 (58.00, 10) (72.00, 10) (143.10, 10)
 (294.20, 10) (301.30, 10) (308.30, 10)
 (322.30, 10) (343.30, 10) (349.30, 10)
 (370.30, 10) (383.30, 10) (387.30, 10)
 (393.30, 10) (402.40, 10) (403.40, 10)
 (405.40, 10) (422.40, 10) (460.40, 10)
 (462.40, 10) (484.40, 10) (489.40, 10)
 (507.50, 10) (512.50, 10) (517.50, 10)
 (519.50, 10) (522.50, 10) (532.50, 10)
 (534.50, 10) (536.50, 10) (543.50, 10)
 (545.50, 10) (552.50, 10) (558.50, 10)

GROUP 13
 Group ID : 13
 Resolution : Low
 Group Start Time : 21.00
 Plot 1 Ion : 58.00
 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
 (58.00, 10) (72.00, 10) (143.10, 10)
 (243.20, 10) (301.30, 10) (308.30, 10)
 (315.30, 10) (322.30, 10) (334.30, 10)
 (335.30, 10) (349.30, 10) (370.30, 10)
 (383.30, 10) (403.40, 10) (424.40, 10)
 (425.40, 10) (440.40, 10) (460.40, 10)
 (462.40, 10) (484.40, 10) (489.40, 10)
 (519.50, 10) (534.50, 10) (536.50, 10)
 (543.50, 10) (545.50, 10) (548.50, 10)
 (550.50, 10) (552.50, 10) (558.50, 10)

GROUP 14
 Group ID : 14
 Resolution : Low
 Group Start Time : 21.50
 Plot 1 Ion : 58.00
 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
 (58.00, 10) (72.00, 10) (86.00, 10)
 (100.10, 10) (143.10, 10) (243.20, 10)
 (308.30, 10) (315.30, 10) (334.30, 10)
 (335.30, 10) (424.40, 10) (425.40, 10)
 (440.40, 10) (460.40, 10) (489.40, 10)
 (493.40, 10) (548.50, 10) (550.50, 10)
 (636.60, 10)

GROUP 15
 Group ID : 15
 Resolution : Low
 Group Start Time : 22.30
 Plot 1 Ion : 254.20
 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
 (86.00, 10) (100.10, 10) (254.20, 10)
 (262.20, 10) (368.30, 10) (369.30, 10)
 (286.20, 10) (450.40, 10) (468.40, 10)

(493.40,	10)	(506.50,	10)	(524.50,	10)
(527.50,	10)	(545.50,	10)	(554.50,	10)
(560.50,	10)	(572.50,	10)	(616.60,	10)
(632.60,	10)	(636.60,	10)		

[SZones]

MS Quad	: 150 C	maximum 200 C
MS Source	: 230 C	maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS


TUNE PARAMETERS for SN: US10340332

EMISSION	:	34.610
ENERGY	:	69.922
REPELLER	:	34.814
IONFOCUS	:	90.157
ENTRANCE_LE	:	9.500
EMVOLTS	:	1764.706
AMUGAIN	:	1829.000
EMUOFFSET	:	136.000
FILAMENT	:	2.000
DCPOLARITY	:	0.000
ENTLENSOFFS	:	17.318
MASSGAIN	:	-179.000
MASSOFFSET	:	-12.000

END OF TUNE PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

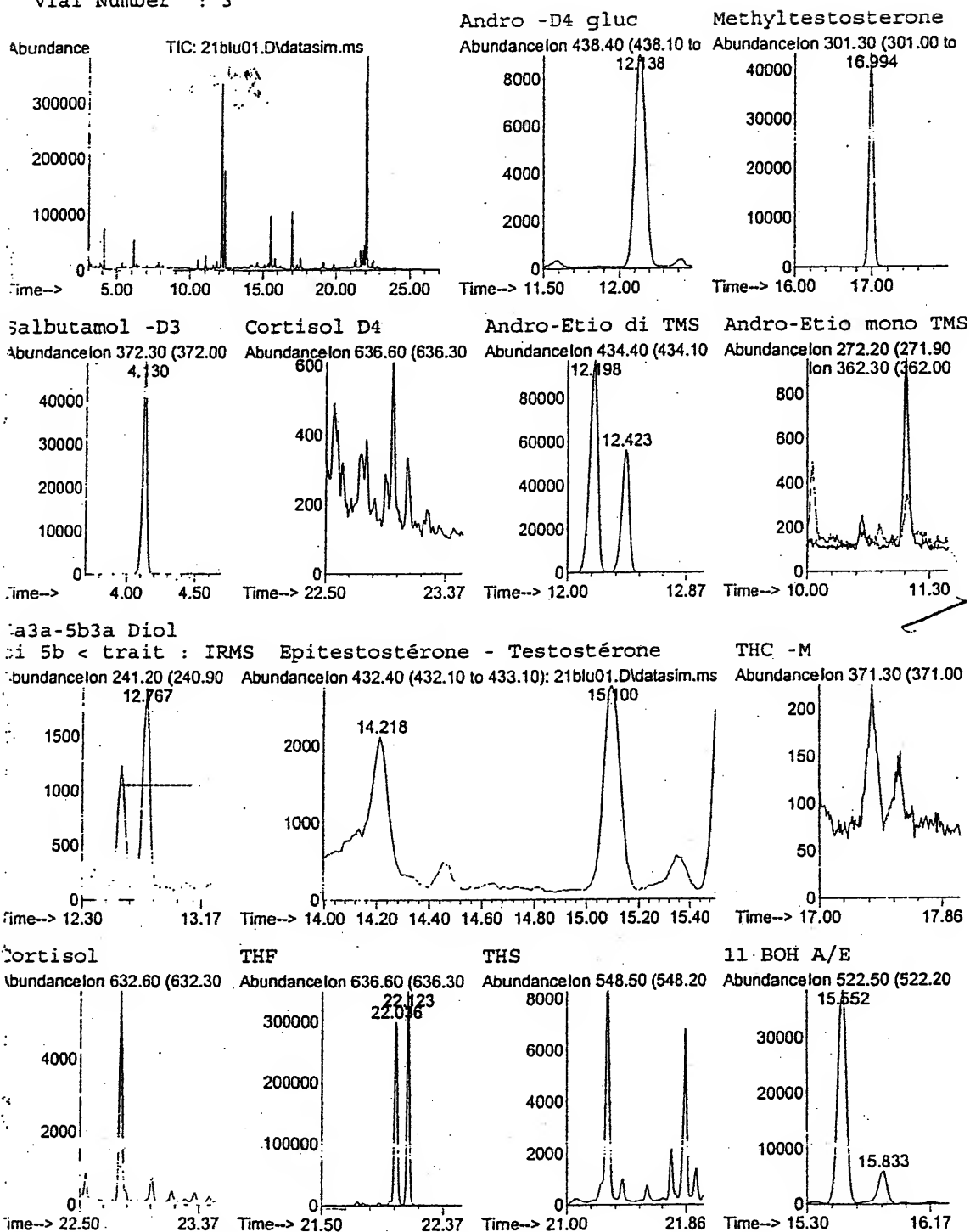
Data File Path C:\MSD18\JUILLET06\2107\
 Data File Name 21blu01.D
 Operator m37p35
 Acq. Method File MAN06B_B.M
 Sample Name 2107 blu 2107 H1
 Misc Info
 Vial Number 3
 Instrument Name GC MSD
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006
 Fichier recal utilise 21rc103.D

Date : 22/07/06
 Opérateur : 18
 C [] HC []
 Résultats : Négatif []
 A vérifier []
 Remarques : 

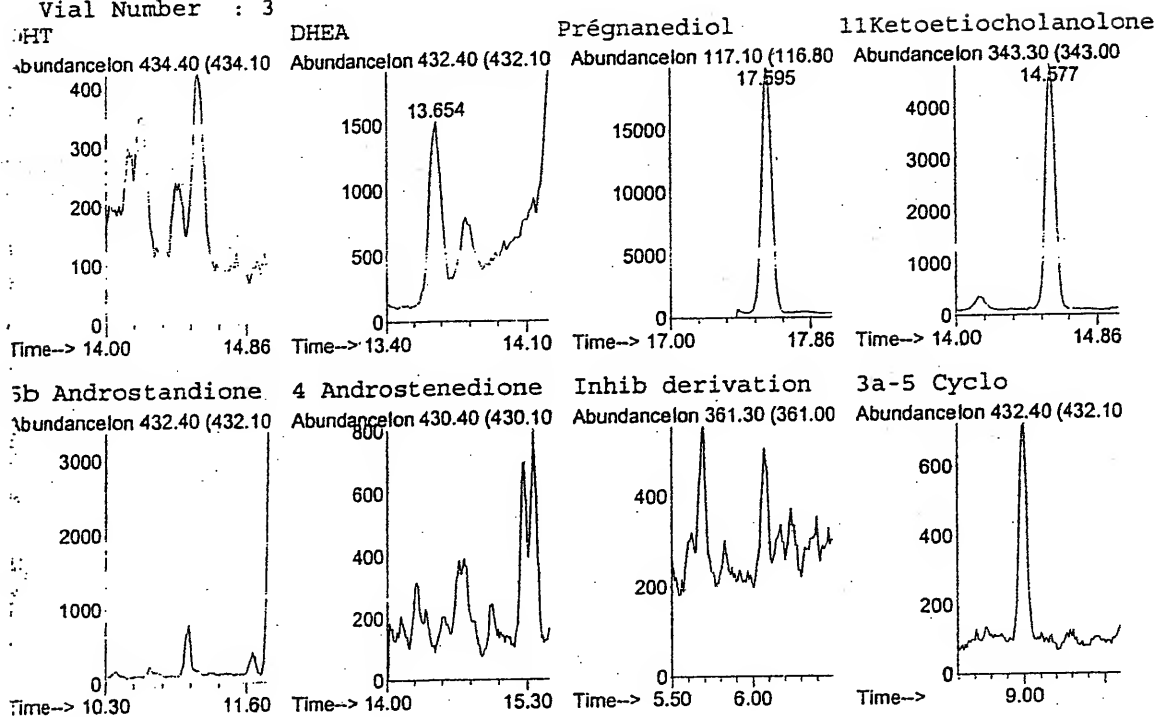
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.00	301.3	Methyltestosterone	1,788,970	200	ng/ml
2)		12.14	438.4	Andro -D4 gluc	453,060	798	ng/ml
3)		4.13	372.3	Salbutamol -D3	1,030,764	194	ng/ml
4)		12.20	434.4	Androsterone	3,875,172	710	ng/ml
5)		12.42	434.4	Etiocholanolone	2,128,068	381	ng/ml
6)		0.00	241.2	5a3a diol	0	0	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	67,799	23	ng/ml
8)		0.00	117.1	Pregnanediol	0	0	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	50,289	10	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	115,169	9	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	118,839	8	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/ml
15)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	223,951	43	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	181,600	14	ng/ml
17)		22.04	636.6	THF	4,385,482	355	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.58	343.3	11 Ketoetiocholanolone	205,105	49	ng/ml
20)		10.15	432.4	3a-5C	1,445		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	25.3		< 19.1
T / ET	1.0		Rapport > 4
Testosterone		8.5	Concentration > 200
Epitestosterone		9.2	Concentration > 200
Androsterone		710	Concentration > 10000
Etiocholanolone		381	Concentration > 10000
DHEA		10	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.8		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.0		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	0	-45.0	Concentration > 75
Cortisol / THS		0.0	Pour info (R&D)
THF / THS		25.8	
11 bOH etio / THS		3.1	
THF		355	
SI/3a5c	1237.8		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da
 Operator: m37p35
 Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B.B.M
 Sample Name: 2107 blu 2107 H1
 Misc Info:
 Vial Number : 3



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da
 Operator: m37p35
 Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B.B.M
 Sample Name: 2107 blu 2107 H1
 Misc Info:
 Vial Number : 3



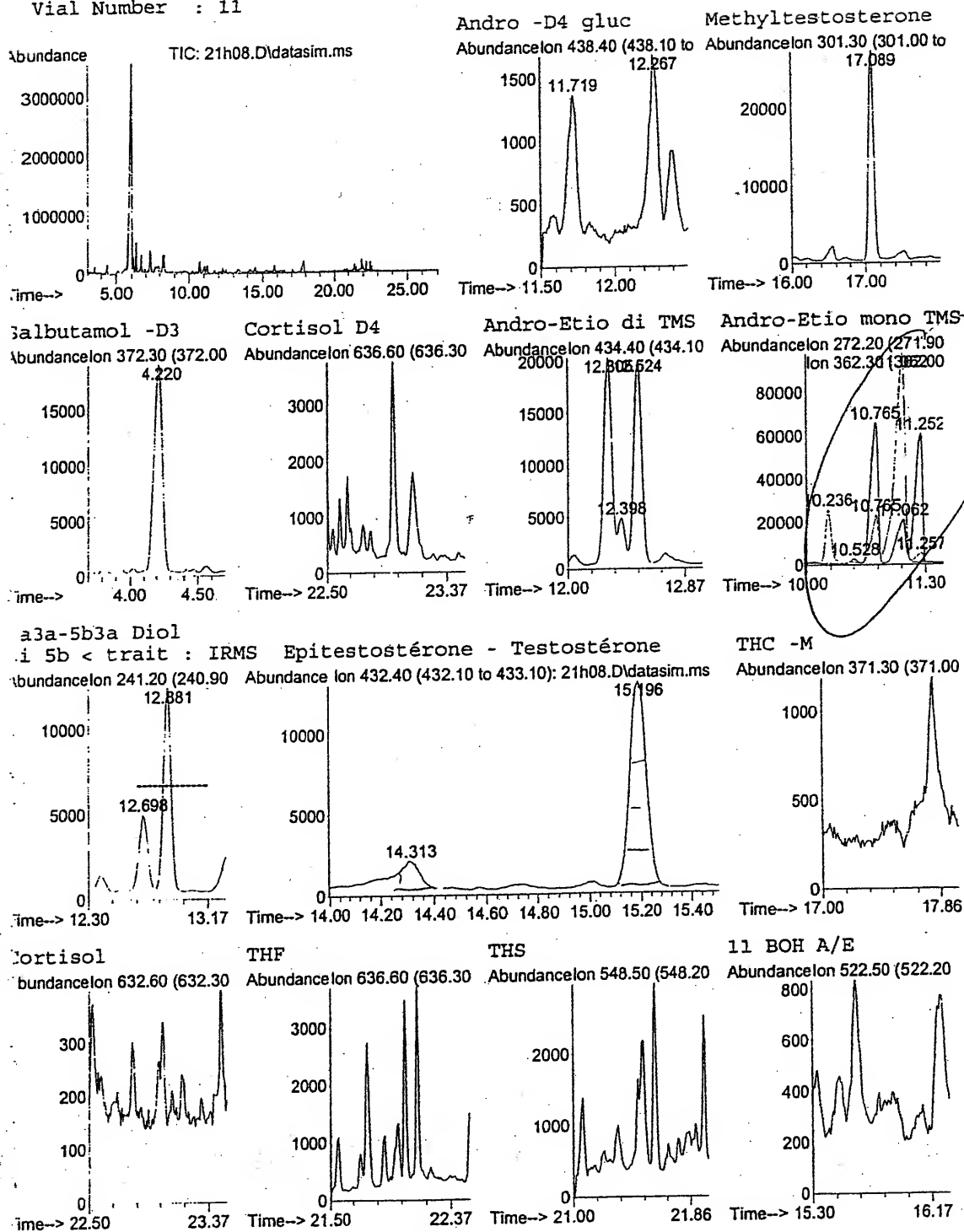
Data File Path C:\MSD18\julliet06\2107\
 Data File Name 21h08.D
 Operator m37p35
 Acq. Method File MAN06B_B.M
 Sample Name 178/07 995474 H
 Misc Info
 Vial Number 11
 Instrument Name GC MSD
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006
 Fichier recal utilise 21rci03.D

Date : 22/07/06
 Opérateur : 18
 C[] HC[]
 Résultats : Négatif []
 A vérifier [X]
 Remarques : T/E
 Inhibiteur de dénaturation

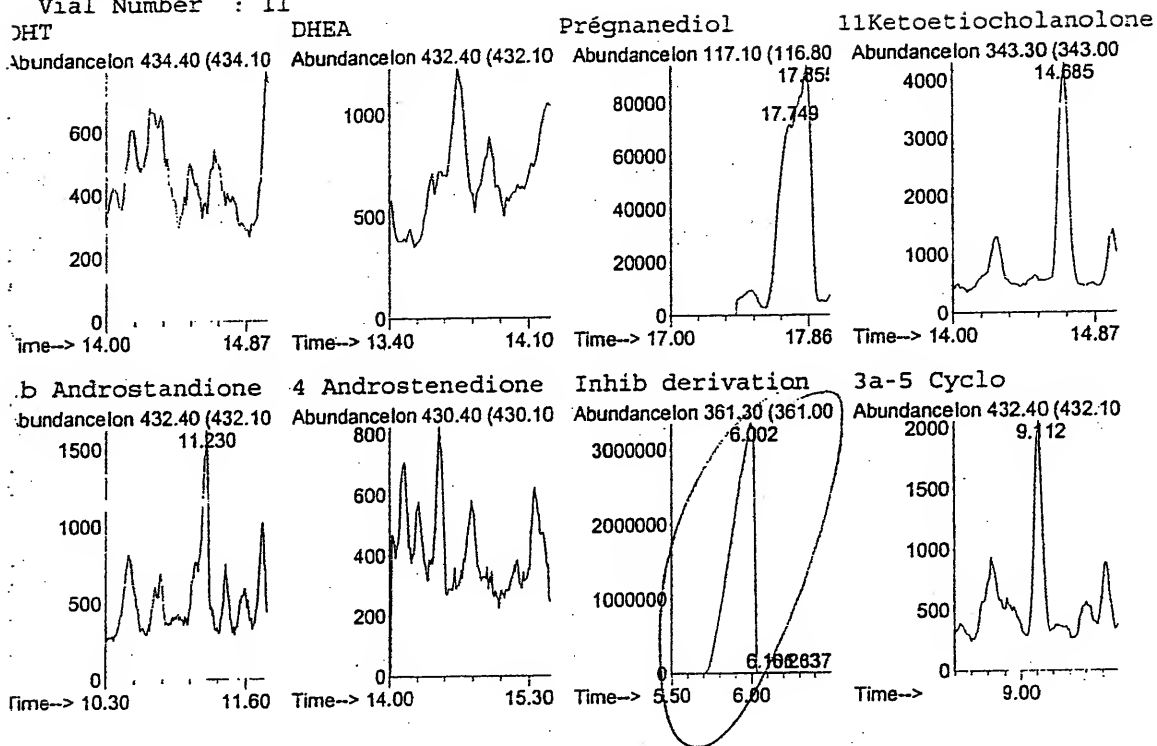
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.09	301.3	Methyltestosterone	1,209,250	200	ng/ml
2)		12.27	438.4	Andro -D4 gluc	62,604	163	ng/ml
3)		4.22	372.3	Salbutamol -D3	814,633	226	ng/ml
4)		12.30	434.4	Androsterone	846,467	230	ng/ml
5)		12.52	434.4	Etiocholanolone	813,037	215	ng/ml
6)		12.70	241.2	5a3a diol	197,002	96	ng/ml
7)		12.88	241.2	5b3a diol	439,619	224	ng/ml
8)		17.85	117.1	Pregnanediol	10,142,344	1316	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		0.00	432.4	DHEA	0	0	ng/ml
11)		14.30	432.4	Epitestosterone	116,467	14	ng/ml
12)		15.20	432.4	Testosterone	575,745	61	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/ml
15)		0.00	522.5	11 bOH Etiocholanolone	0	0	ng/ml
16)		0.00	548.5	THS	0	0	ng/ml
17)		0.00	636.6	THF	0	0	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.68	343.3	11 Ketoetiocholanolone	183,640	65	ng/ml
20)		10.25	432.4	3a-5C	23,035		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	5.2		< 19.1
T / ET	4.9		Rapport > 4
Testosterone		60.6	Concentration > 200
Epitestosterone		13.7	Concentration > 200
Androsterone		230	Concentration > 10000
Etiocholanolone		215	Concentration > 10000
DHEA		0	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.0		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	0	-45.0	Concentration > 75
Cortisol / THS		#DIV/0!	Pour info (R&D)
THF / THS		#DIV/0!	
11 bOH etio / THS		#DIV/0!	
THF		0	
SI/3a5c	52.5		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21h08.D\da
 Operator: m37p35
 Date Acquired: 21 Jul 06 7:36 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B.B.M
 Sample Name: 178/07 995474 H
 Misc Info:
 Vial Number : 11



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21h08.D\da
 Operator: m37p35
 Date Acquired: 21 Jul 06 7:36 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B_B.M
 Sample Name: 178/07 995474 H
 Misc Info:
 Vial Number : 11



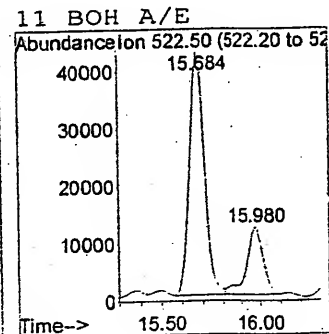
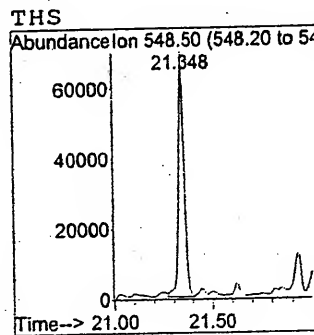
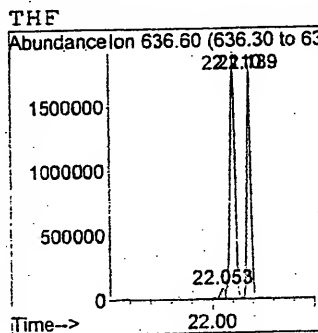
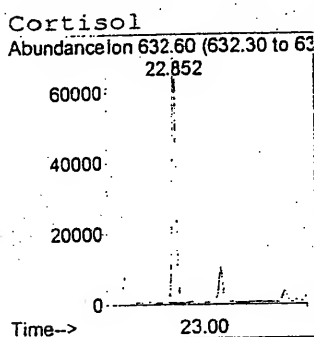
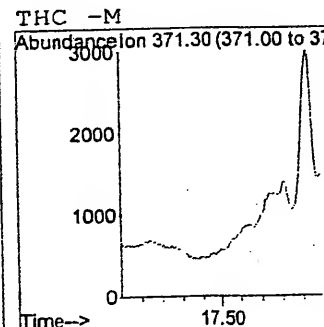
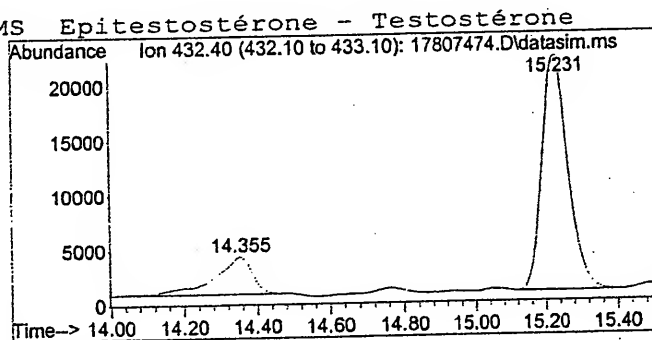
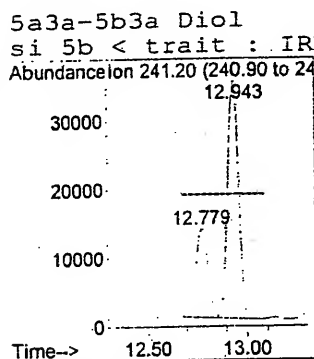
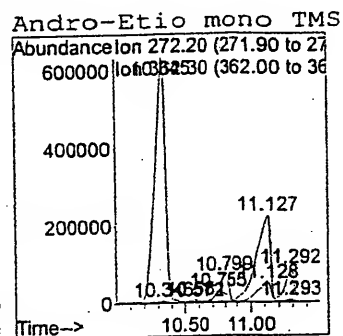
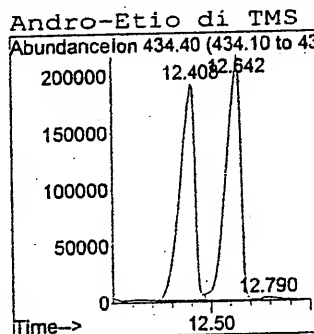
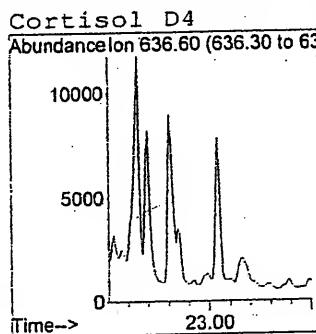
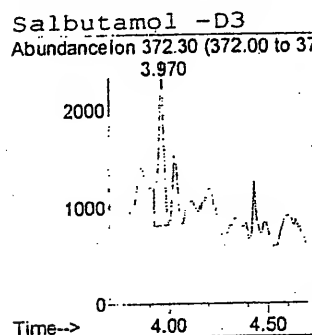
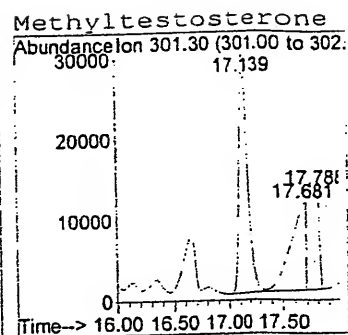
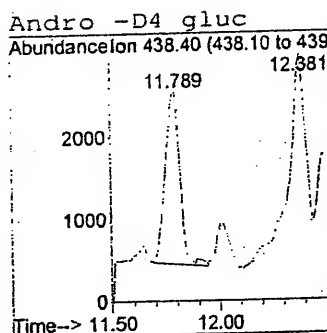
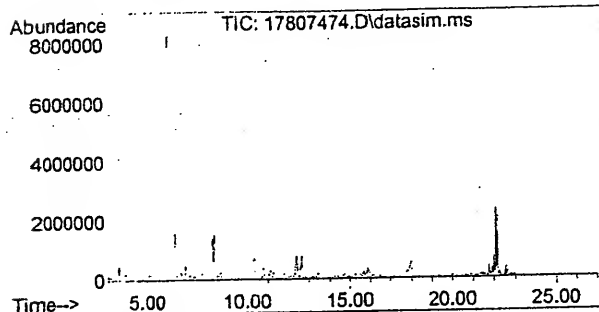
Data File Path D:\msd19\juil07\2507\
 Data File Name 17807474.D
 Operator M45P35
 Acq. Method File MAN06B_B.M
 Sample Name 178/07 995474 H
 Misc Info
 Vial Number 2
 Instrument Name MSD 19
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes
 Last Calibration Update Tue Jul 25 15:15:32 2006
 Fichier recal utilise 25rc101.D

Date : 15/08/06
 Opérateur : IC
 C [] HC []
 Résultats : Négatif []
 A vérifier []
 Remarques :
 Vial de conf. reinspecté
 en screening

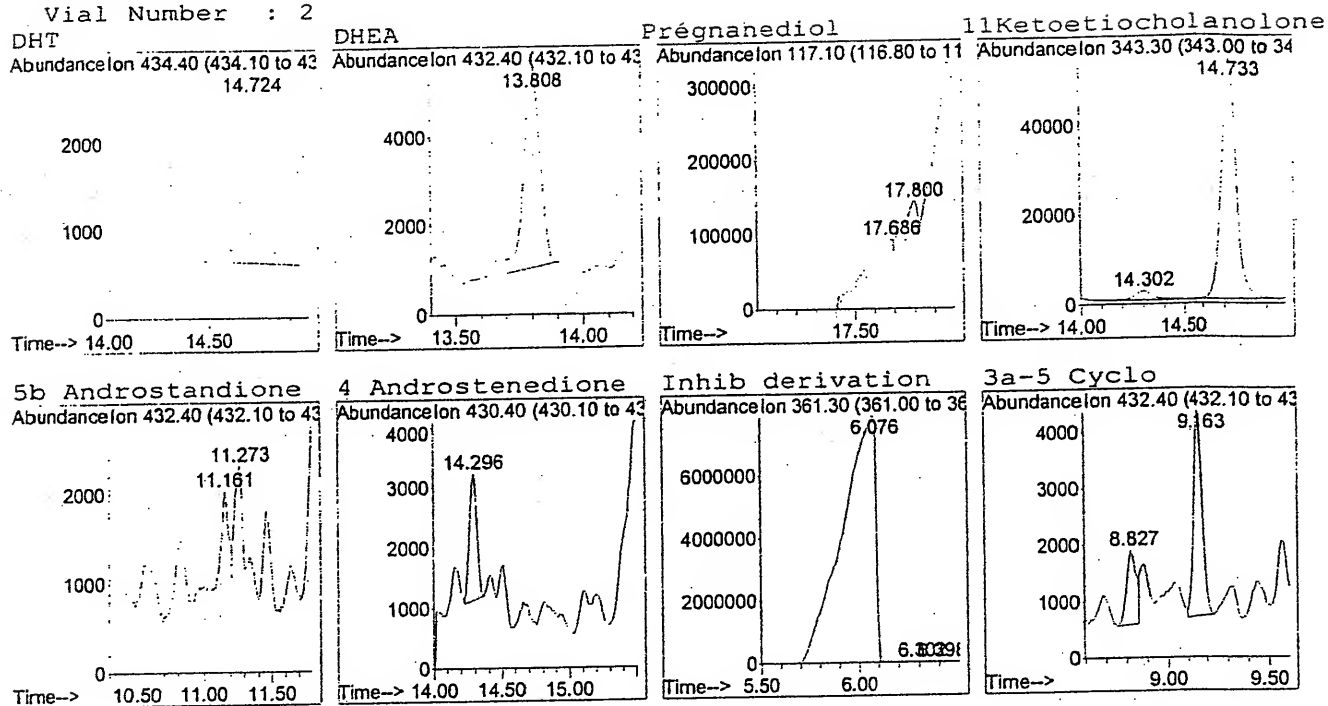
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.14	301.3	Methyltestosterone	1,731,969	100	ng/ml
2)		12.38	438.4	Andro -D4 gluc	104,768	170	ng/ml
3)		0.00	372.3	Salbutamol -D3	0	0	ng/ml
4)		12.41	434.4	Androsterone	9,973,015	1658	ng/ml
5)		12.64	434.4	Etiocholanolone	11,119,071	1639	ng/ml
6)		12.78	241.2	5a3a diol	524,770	97	ng/ml
7)		12.94	241.2	5b3a diol	1,240,694	227	ng/ml
8)		17.79	117.1	Pregnanediol	19,393,646	487	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.81	432.4	DHEA	151,077	21	ng/ml
11)		14.35	432.4	Epitestosterone	214,591	11	ng/ml
12)		15.23	432.4	Testosterone	1,093,773	50	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	#DIV/0!	ng/ml
15)		15.98	522.5	11 bOH Etiocholanolone	554,334	130	ng/ml
16)		21.35	548.5	THS	1,376,986	88	ng/ml
17)		22.11	636.6	THF	32,301,427	2915	ng/ml
18)		22.85	632.6	Cortisol	1,008,236	143	ng/ml
19)		14.73	343.3	11 Ketoetiocholanolone	2,541,956	309	ng/ml
20)		0.00	241.2	3a-5C	0		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	6.0		< 12.9
T / ET	5.1		Rapport > 4
Testosterone		49.7	Concentration > 200
Epitesto		11.1	Concentration > 200
Androsterone		1,658	Concentration > 10000
Etiocholanolone		1,639	Concentration > 10000
DHEA		20.6	Concentration > 200
DHT		0.0	Concentration > 20
Andro / Etio	0.9		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport > 2
THC -M		0.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	#DIV/0!	#DIV/0!	Concentration > 75
Cortisol / THS		1.6	Pour info (R&D)
THF / THS		33.1	
11 bOH etio / THS		1.5	
THF		2915	
SI/3a5c	#DIV/0!		

File: D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da
 Operator: M45P35
 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am
 Instrument: MSD 19
 Method File: MAN06B_B.M
 Sample Name: 178/07_995474 H
 Misc Info:
 Vial Number : 2



File: D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da
 Operator: M45P35
 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am
 Instrument: MSD 19
 Method File: MAN06B_B.M
 Sample Name: 178/07_995474 H
 Misc Info:
 Vial Number : 2



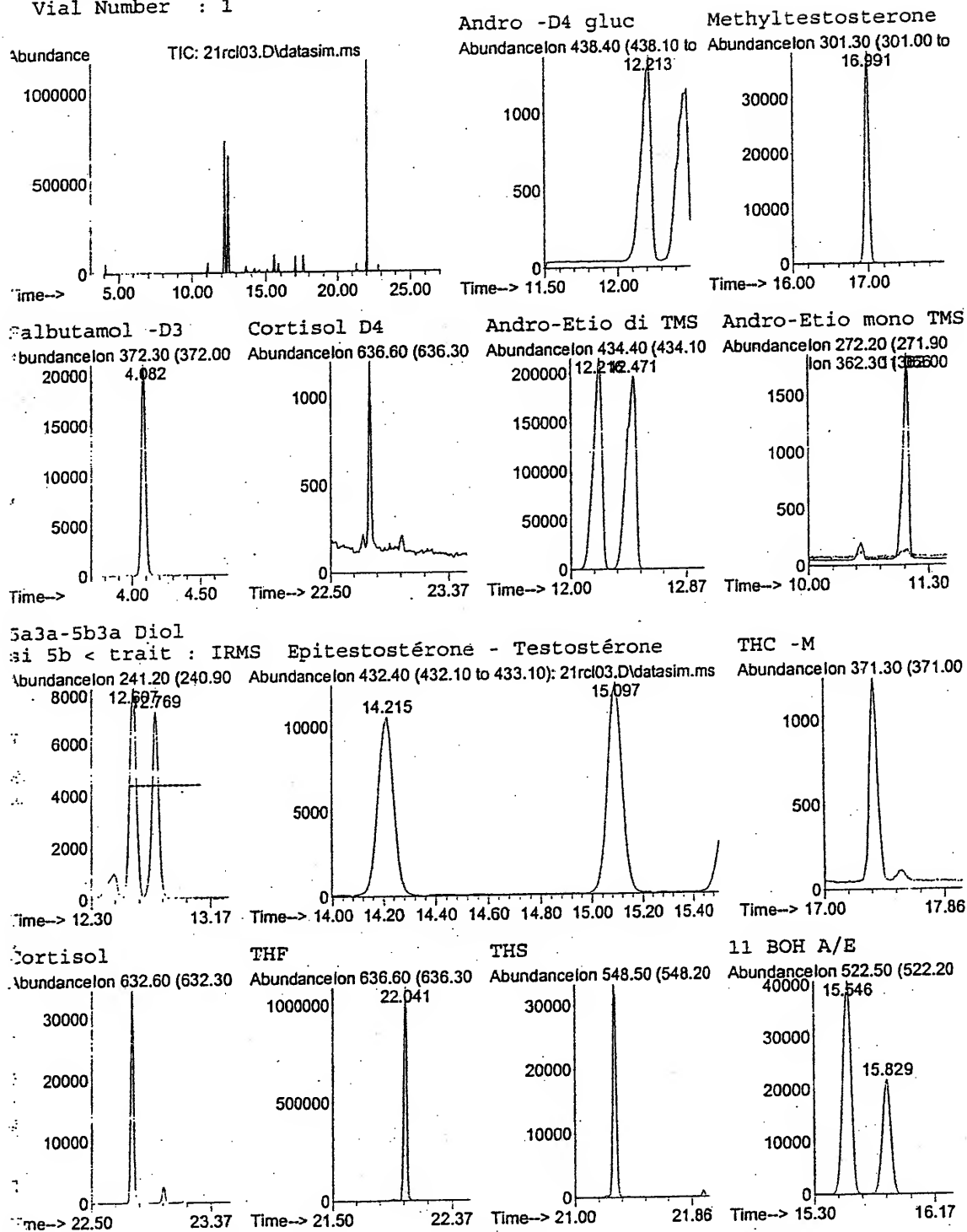
Data File Path c:\MSD18JUILLET06\2107
 Data File Name 21rcl03.D
 Operator
 Acq. Method File MAN06B_B.M
 Sample Name 2107 rcl 028 2007 H1
 Misc Info
 Vial Number 1
 Instrument Name GC MSD
 Calibration Title Calibration des stéroïdes endogènes
 Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006
 Fichier recal utilise 21rcl03.D

Date : 21/7/06
 Opérateur : 37
 C[] HC[]
 Résultats : Négatif []
 A vérifier []
 Remarques :
 RCL CONFORNE avec EA 96

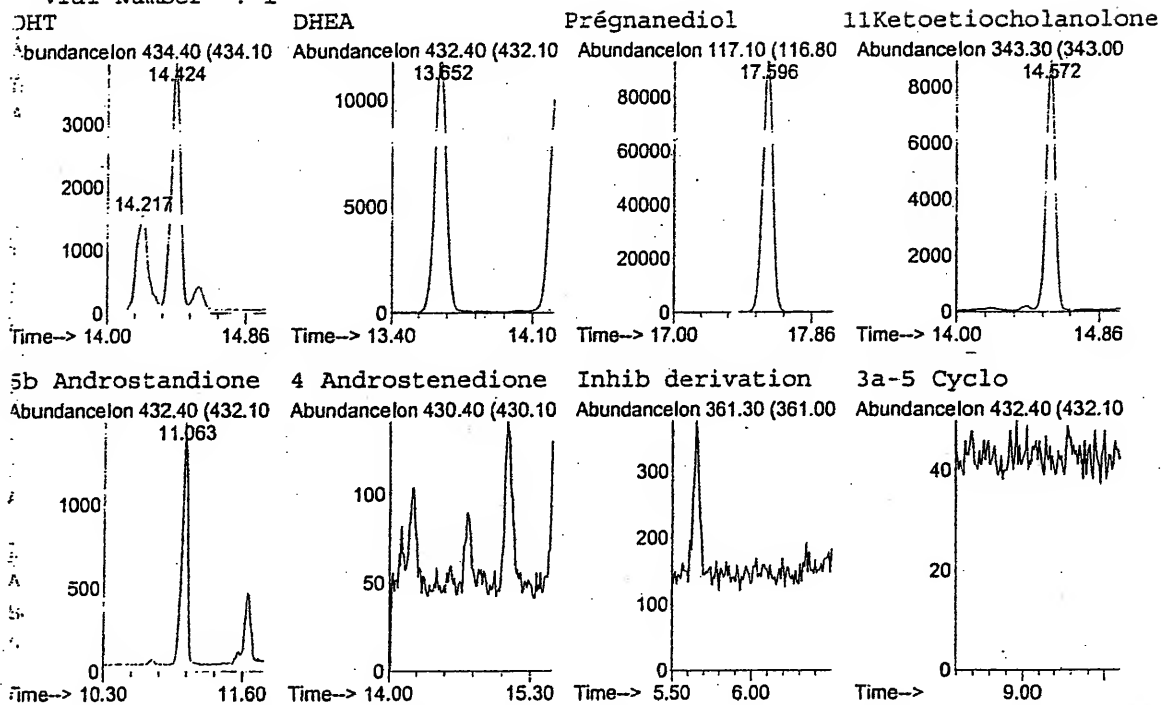
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	16.99	301.3	Methyltestosterone	1,587,292	200	ng/ml
2)		12.21	438.4	Andro -D4 gluc	62,992	125	ng/ml
3)		4.08	372.3	Salbutamol -D3	472,321	100	ng/ml
4)		12.22	434.4	Androsterone	9,682,254	2000	ng/ml
5)		12.47	434.4	Etiocholanolone	9,908,352	2000	ng/ml
6)		12.61	241.2	5a3a diol	268,022	100	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	257,498	100	ng/ml
8)		17.60	117.1	Pregnanediol	4,046,186	400	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	457,571	100	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	446,439	40	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	498,991	40	ng/ml
13)		17.36	371.3	THC -M	49,013	15	ng/ml
14)		4.10	369.3	Salbutamol	443,177	94	ng/ml
15)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	923,980	200	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	585,640	50	ng/ml
17)		22.04	636.6	THF	16,444,095	1500	ng/ml
18)		22.80	632.6	Cortisol	473,452	50	ng/ml
19)		14.57	343.3	11 Ketoetiocholanolone	369,571	100	ng/ml
20)		0.00	432.4	3a-5C	0		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelles de rejet
Ad4 glu / Si *100	4.0		< 19.1
T / ET	1.1		Rapport > 4
Testosterone		40.0	Concentration > 200
Epitestosterone		40.0	Concentration > 200
Androsterone		2,000	Concentration > 10000
Etiocholanolone		2,000	Concentration > 10000
DHEA		100	Concentration > 200
DHT		0	Concentration > 20
Andro / Etio	1.0		Rapport > 3
5a3a / 5b3a diol	1.0		Rapport > 2
THC -M		15.0	Concentration > 15
Salb/Salb D3 * 100	94	93.9	Concentration > 75
Cortisol / THS		1.0	Pour info (R&D)
THF / THS		30.0	
11 bOH etio / THS		4.0	
THF		1500	
SI/3a5c	#DIV/0!		

File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rc103.D\da
 Operator:
 Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B_B.M
 Sample Name: 2107 rc1 028 2007 H1
 Misc Info:
 Vial Number : 1



File: C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rcl03.D\da
 Operator:
 Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm
 Instrument: GC MSD
 Method File: MAN06B.B.M
 Sample Name: 2107 rCl 028 2007 H1
 Misc Info:
 Vial Number : 1



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 18

Date : 21/7/06.

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
 Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
 Repeller < 35
 Polaris Ion time > 2 ms

Oui Non

X	
X	
X	

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD 18/69 (H₂O), 28/69 (N₂), 32/69 (O₂),
 44/69 (CO₂) < 10%
 Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

X	

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
 Conf TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :

Oui Non

X	

conforme avec
EA 96.

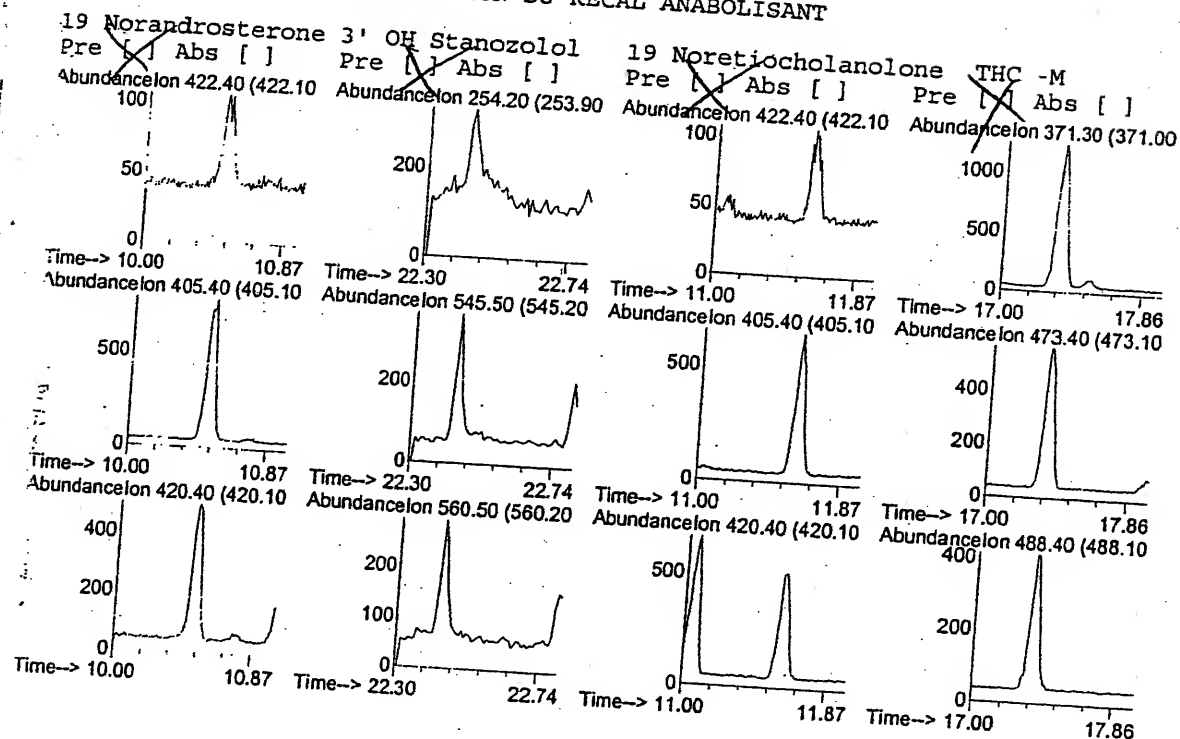
Observations :

Code opérateur et paraphe : 37 *opérateur*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

MSD18\juillet06\2107\21rc103.D
 : 21 Jul 06 12:59 pm
 name : 2107 rcl 028 2007 H1

VERIFICATION DU RECAL ANABOLISANT

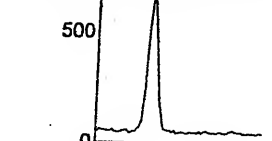
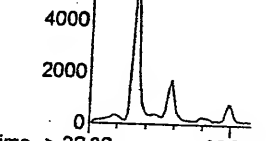
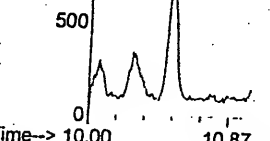
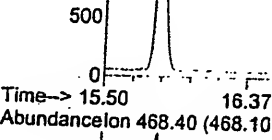
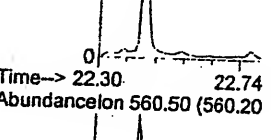
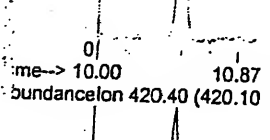
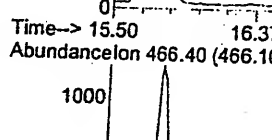
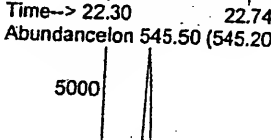
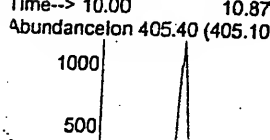
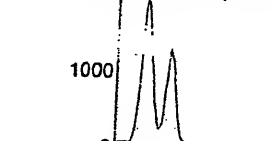
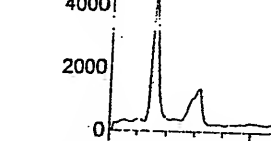
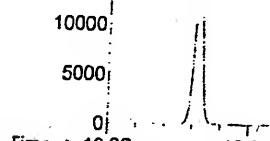


Date : 21/07/06
 Opérateur : 31
 Résultats :
 Conforme ☒
 Non conforme ☐
 Remarques : Avec EA 96

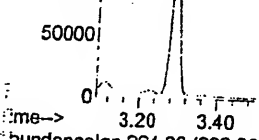
File : C:\MSD18\juillet06\2107\21cq01.D
 Date Acquired : 21 Jul 06 3:06 pm
 Sample name : 2107 cq 028c 2107 H1

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT

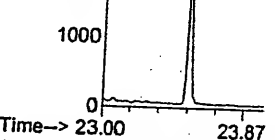
19 Norandrosterone 3' OH Stanazolol Salbutamol Clostebol -M
 Pre ☒ Abs ☐ Pre ☒ Abs ☐ Pre ☒ Abs ☐ Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 422.40 (422.10) Abundancelon 254.20 (253.90) Abundancelon 369.30 (369.00) Abundancelon 451.40 (451.10)



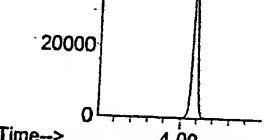
Ethamivan
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 223.20 (222.90)



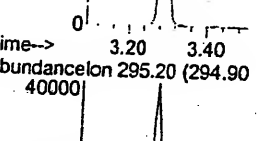
Buprenorphine
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 554.50 (554.20)



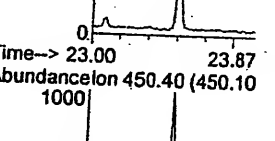
Salbutamol D3
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 372.30 (372.00)



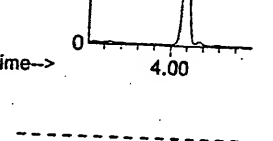
Ethamivan
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 294.20 (293.90)



Buprenorphine
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 506.50 (506.20)



Salbutamol D3
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 86.00 (85.70 to 86.30)



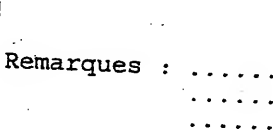
Ethamivan
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 295.20 (294.90)



Buprenorphine
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 450.40 (450.10)



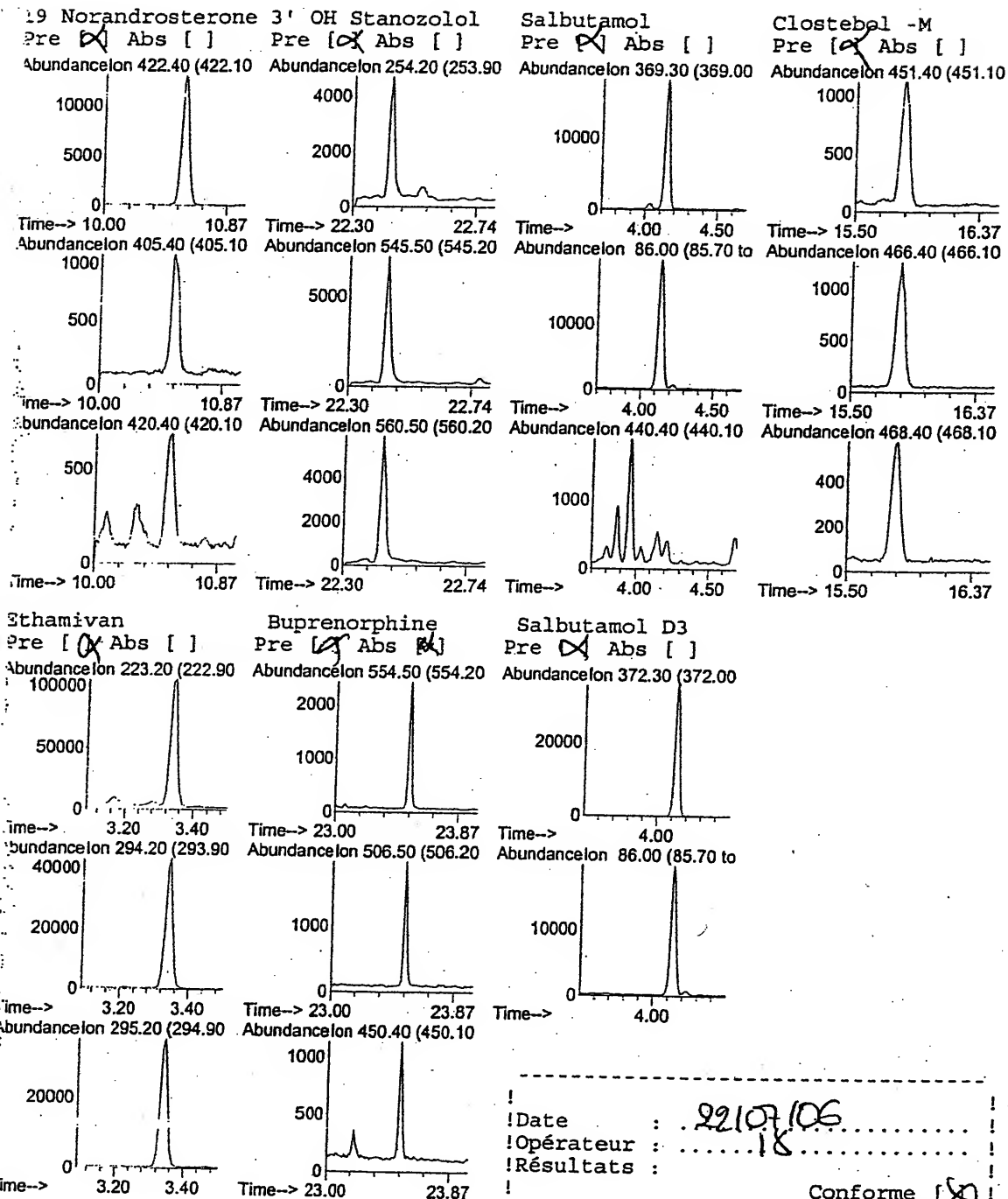
Salbutamol D3
 Pre ☒ Abs ☐
 Abundancelon 86.00 (85.70 to 86.30)



Date : 21/7/06
 Operateur : A. J. B.
 Resultats :
 Conforme ☒
 Non conforme ☐
 Remarques : OK E

File : C:\MSD18\juillet06\2107\21cwf01.D
 Date Acquired : 21 Jul 06 8:06 pm
 Sample name : 2107 cwf 028c 2107 H1

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



Date : 22/07/06
 Operateur : 18
 Resultats :
 Conforme ☒
 Non conforme ☐
 Remarques : OK E

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FSR-01 Version : G Date : 22/03/2005
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM		

Echantillon : **178/07 995474**

Produit suspecté: **Ep Testosterone**

Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/- 1% (si trr < 0,6) ou +/- 0,5% (si trr > 0,6)

Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour :

Plage d'abondance	Tolérance CG	Tolérance CL
> 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 15% (en absolu)
25 - 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 25% (en relatif)
< 25%	+/- 50% (en relatif)	+/- 10% (en absolu)

Rq : en CG, si l'ion a une abondance < 10%, seule la présence de l'ion suffit.

Echantillon		Référence intrajour		Référence interjour	
Fichier :	21H08	21rc103			
			Tolérance basse	Tolérance haute	
tr	14,300 min	14,220 min	14,149 min	14,291 min	
tr SI	17,090 min	16,990 min			
trr	0,837	0,837	0,833	0,841	
M1	100,0 %	100,0 %			
M2					
M3					

Les tolérances sont calculées par rapport à la référence

Concordance des tr : Oui ☐ Non ☒

Concordance des trr : Oui ☒ Non ☐

Concordance globale des abondances relatives : Oui ☐ Non ☐

Paraphe et code opérateur : **18 E**

Partie à remplir par le responsable

A confirmer : Oui ☒ Non ☐

Paraphe du responsable : **E**

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FSR-01 Version : G Date : 22/03/2005
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM		

Echantillon : **178/07 995474**

Produit suspecté: **Testosterone**

Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6)

Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour :

Plage d'abondance	Tolérance CG	Tolérance CL
> 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 15% (en absolu)
25 - 50%	+/- 50% (en relatif)	+/- 25% (en relatif)
< 25%	+/- 50% (en relatif)	+/- 10% (en absolu)

Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit.

Echantillon		Référence intrajour		Référence interjour	
Fichier :	21H08	21rcl03			
			Tolérance basse	Tolérance haute	
tr	15,200 min	15,100 min	15,025 min	15,176 min	
tr SI	17,090 min	16,990 min			
trr	0,889	0,889	0,884	0,893	
M1	100,0 %	100,0 %			
M2					
M3					

Les tolérances sont calculées par rapport à la référence

Concordance des tr : Oui ☐ Non ☒

Concordance des trr : Oui ☒ Non ☐

Concordance globale des abondances relatives : Oui ☐ Non ☐

Paraphe et code opérateur :

18E

Partie à remplir par le responsable

A confirmer : Oui ☒ Non ☐

Paraphe du responsable :

E

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

SECTION 2

TECHNICAL PART

2.3 Second analysis for confirmation of T/E ratio

LNDD	CONFIDENTIAL	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 1/3
SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE			ASSURANCE QUALITE LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrine	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Aténolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 BSI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphe	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β -Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testostérone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immunodétection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β -hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immunochromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

EVOLUTIONS

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Méthylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date :01/12/2005 1/3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether <i>étapes en gris clair</i>	Hydrolyse <i>étapes en trait épais</i>	Extraction - évaporation - dérivation <i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50µL de SI

Matériel

Tube à vis (13*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

Réactifs et produits

Diethylether (S06)

APPLICABLE le

01 DEC. 2005

CONFIDENTIEL

Azote

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

17aMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

SPECIMEN

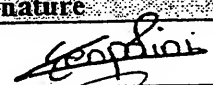
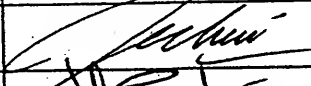
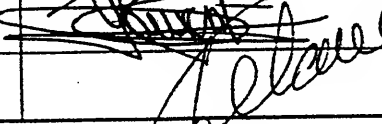
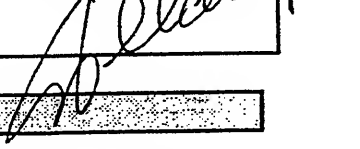
LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date :01/12/2005 2 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betagluconidase à +4°C (b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dérivé en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : MI-EA-04D Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	01/12/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EA-11 Version : A Date : 14/02/2005 1 / 2
EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO		

Documents cités : I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4
 Méthode : Anabo
 Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min
 Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A : Méthanol

Voie B : Hexane

Voie C : Tert-butyl méthyl oxyde (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01.
 Lancer l'extraction selon I-N-35.


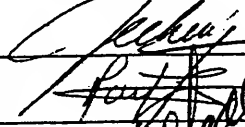
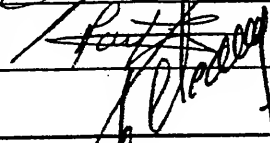
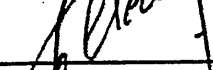
4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

SPECIMEN CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 2 / 2
EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT	V. G. S. I. U. L. A. T. A. Date: 13/09/2005
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC		

Echantillon: 18864 95474	Mode opératoire d'extraction: NEX04B			
Date: 220406	Appareil: pHmet n° 7	Température en °C: 22,2	Valeur affichée: 5,22	Paraphe: ne
220706	Refract n° 2		1,025	ne

Date de mise à l'ambient de l'échantillon: 230706	Heure de mise à l'ambient: 14h30	
Prise d'essai PE: 2 mL	Heure de la PE: 15h00	Paraphe: ne

	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Echantillon			1/1	/	/
Blanc	31	1,024	1/1	/	/

Blanc			Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en ng/mL					
Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI: Nethyltento	ST3066	longue		50						100				
Epitextosterone	H7032	longue	4						2					
"	H7032	longue		10						5				
"	H7033	longue			6						30			
"	H7032	longue				12						60		
Testosterone	H10034	longue	4						2					
"	H10034	longue		6						30				
"	H10035	longue			3,6						180			
"	H10034	longue				7,2						360		

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	230706	15h00	15h20	Ether, Réfrig	ne
Evaporation	230706	15h30	15h55	Bain à sec n°: Affroid	ne
Incubation				T (°C):	
Mise à pH	230706	16h05		Code tampon: T190706-07	ne
Hydrolyse	230706	16h15	17h15	Dlu enzyme: 220806 Etuve n°: 5	ne
Extraction	230706	17h25	240706 9h10	Dlu NH4OH: Pb Gilson -> aiguille RT n°: toxue -> eau TP d'essai Gilson n°: non peloues -> PE extract = 6 240706 9h15-9h16	ne
Stockage				Lieu:	
Evaporation	240706	9h55	10h25	Bain à sec n°: 07	ne
Dérivation	240706	10h30	10h54	Dérivation 1 Bain à sec n°: 13 Micro-onde Code ou dlu du réactif 1: 020806 Dérivation 2 Bain à sec n°: Dlu réactif 2:	ne
Evaporation				Bain à sec n°:	
Reprise					
Stockage				Lieu:	

dlu: date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0079

73

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- () Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- () Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)

Maximum temp: 325 'C

Initial time: 0.00 min

Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0 (Off)		

Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min

Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On)

Pressure: 175.0 kPa (On)

Split ratio: 12.1:1

Split flow: 11.7 mL/min

Total flow: 15.2 mL/min

Gas saver: Off

Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:1

USADA 0080

74

HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
Max temperature: 350 'C
Nominal length: 25.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 175.0 kPa
Nominal initial flow: 1.0 mL/min
Average velocity: 41 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
Description: Interface
Initial temp: 280 'C (On)
Initial time: 0.00 min
Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : SIM

MS Information

Solvent Delay : 2.50 min

EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1
Group ID : 1
Resolution : Low
Plot 1 Ion : 301.3
Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
(209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50)
(341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)
(432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:3

USADA 0082

75

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification T/E (3 points)

Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) 17méthyltestostérone (ISTD TR)
Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	5915926
2	100.000	4981326
3	100.000	5130998

ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear

2) epitestosterone ()
Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	234336
2	30.000	1211449
3	60.000	2929592

Curve Fit: Linear, forced through origin

Comment:
Operator: 28
Data Path: D:\MsD20\juil06\2407\
Pre-Seq Cmd:
Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R0	MAN27	itms
2	Sample	2	TP1TE	MAN27	tp te2
3	Sample	1	R1	MAN27	itms
4	Sample	3	BLU1TE	MAN27	blu te
5	Sample	4	17807474	MAN27	178/07 995474 te
6	Sample	1	R2	MAN27	itms
7	Sample	5	BLUR1TE	MAN27	blute
8	Sample	6	REF1TE	MAN27	blu t30 e5
9	Sample	7	REF2TE	MAN27	blu t180 e30
10	Sample	8	REF3TE	MAN27	blu t360 e60
11	Sample	9	CQ1TE	MAN27	cq te 001
12					

Séquence vérifiée par : 28
Remarques :
.....

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search	Minimum Quality
DEMO.L	0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:15:54 2006

Page:1

USADA 0085

77

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) 17méthyltestostérone

(ISTD TR)

Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc.(rel)	Integration
Tgt 301.30			man27.e

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	5915926
2	100.000	4981326
3	100.000	5130998

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear

2) epitestosterone

()

Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc.(rel)	Integration
Tgt 432.40			man27.e

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	234336
2	30.000	1211449
3	60.000	2929592

Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear, forced through origin

3) testosterone

()

Ret. Time 19.32 min., Extract & Integrate from 18.82 to 19.82 min.

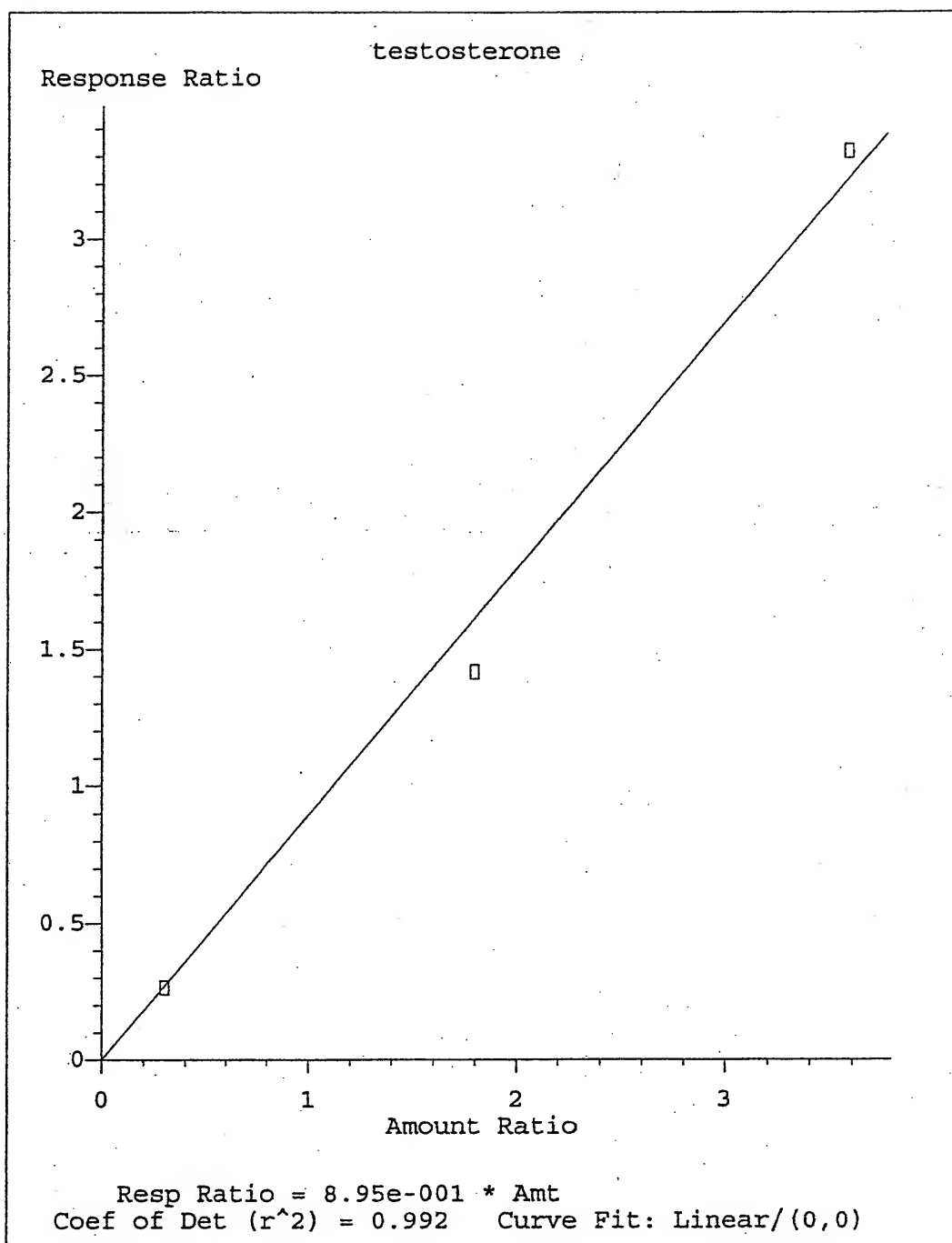
Signal	Rel Resp.	Pct. Unc.(rel)	Integration
Tgt 432.40			man27.e

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	30.000	1557516
2	180.000	7052377
3	360.000	17023691

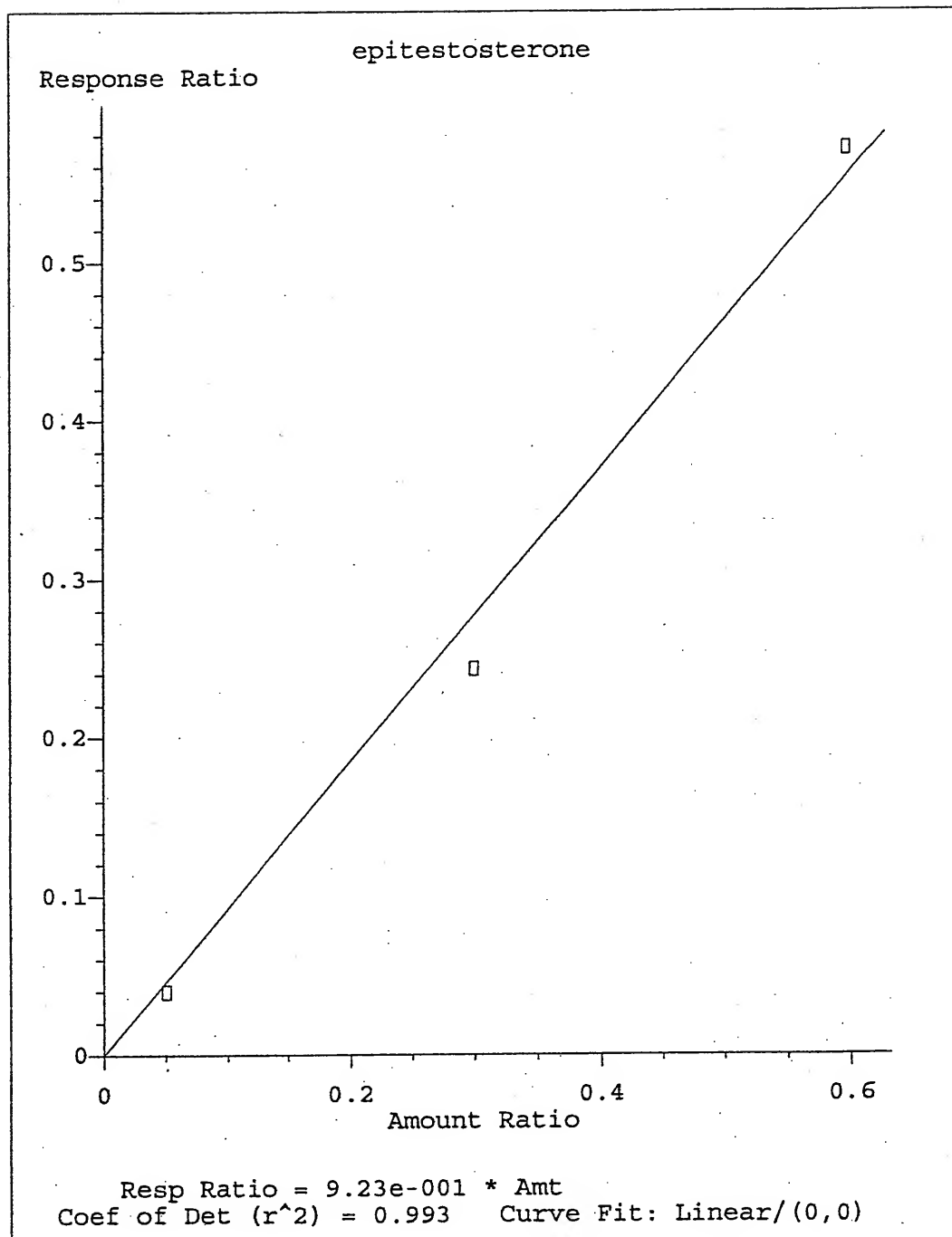
Qualifier Peak Analysis ON

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Mon Jul 24 17:15:54 2006



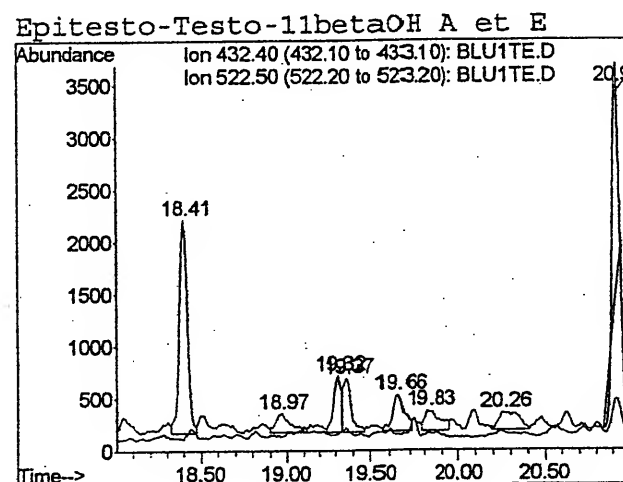
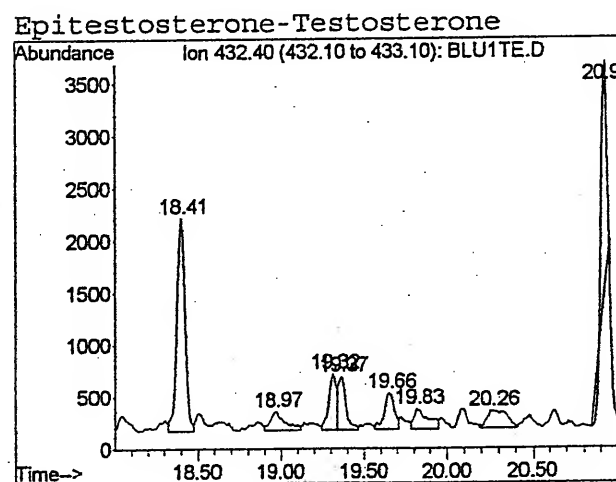
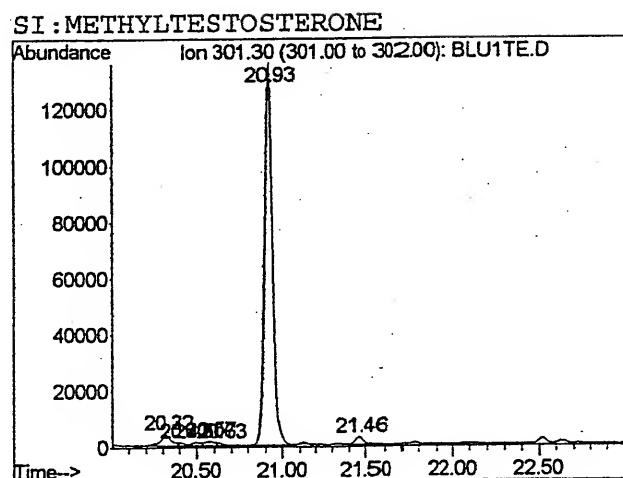
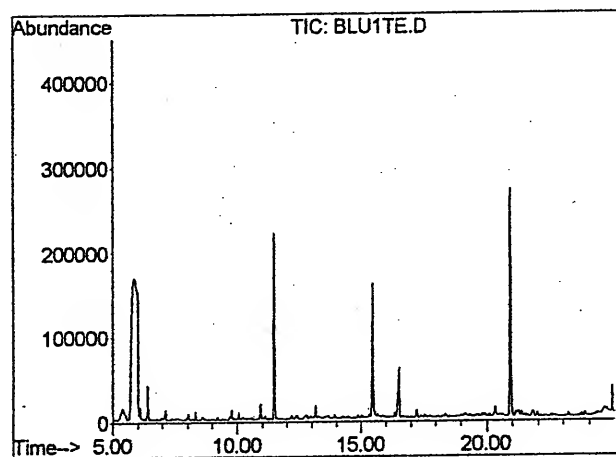
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

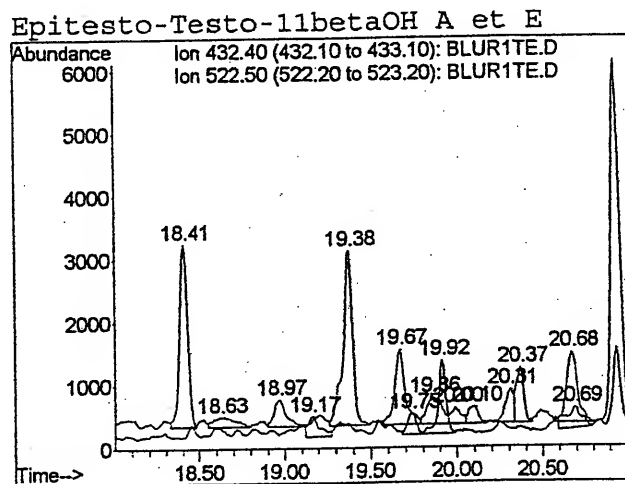
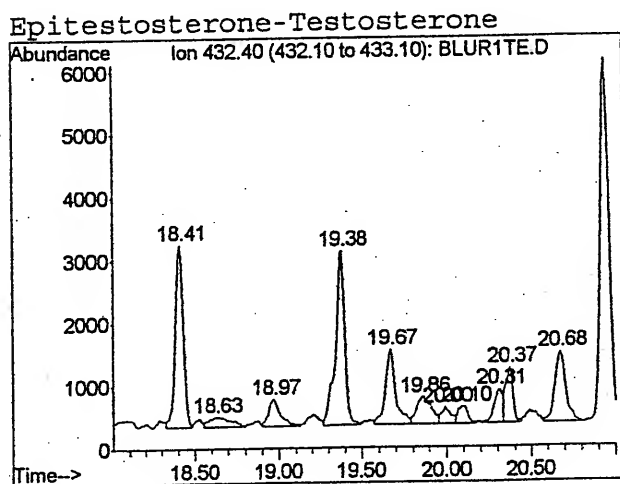
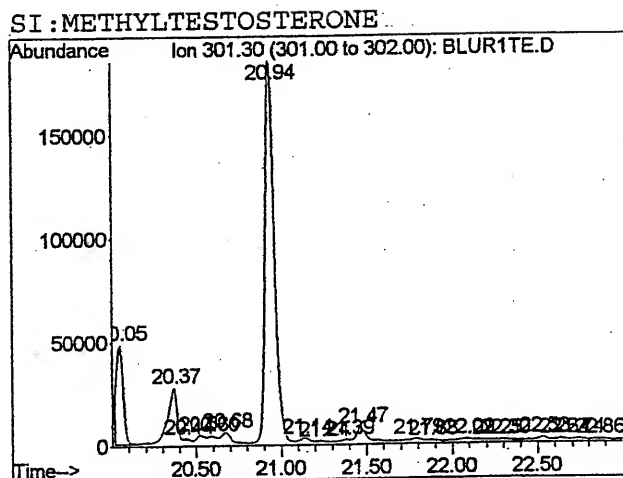
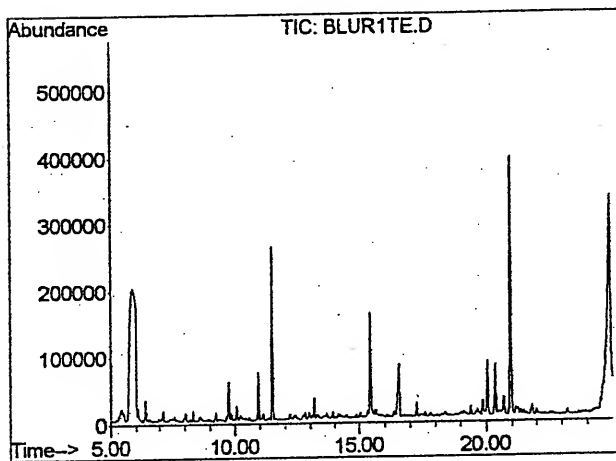
Operator: 28
 Date Acquired: 24 Jul 2006 12:57
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: blu te
 Misc Info:
 Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Operator: 40
 Date Acquired: 24 Jul 2006 14:30
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: blute
 Misc Info:
 Vial Number : 5

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2407\
Data File Name 17807474.D
Operator 28
Date Acquired 7/24/2006 13:28
Acq. Method File MAN27
Sample Name 178/07 995474 te
Vial Number 4
Calibration Title Quantification T/E (3 points)
Last Calibration Update Mon Jul 24 17:15:46 2006

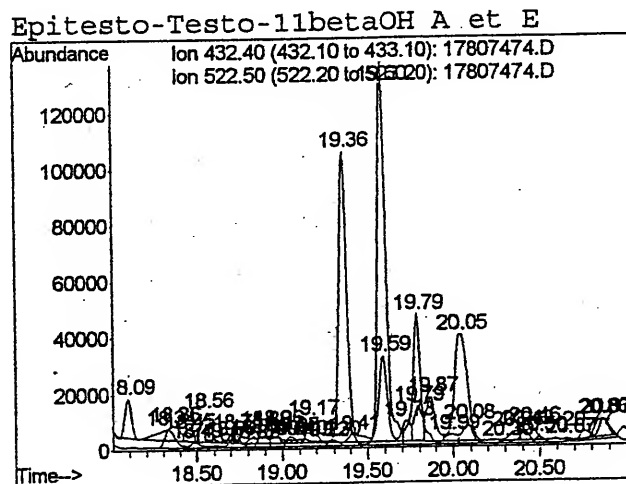
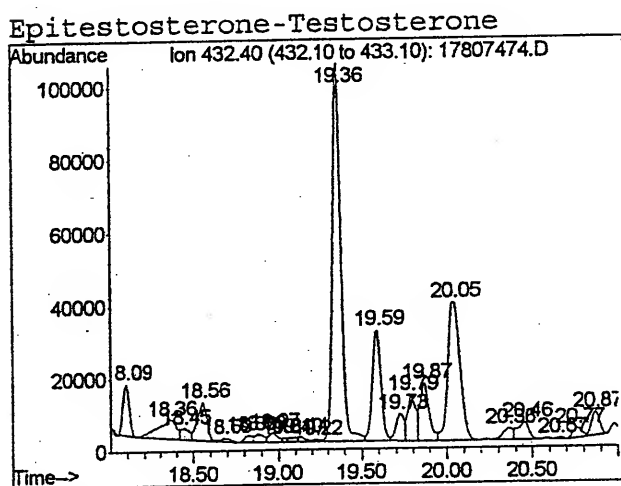
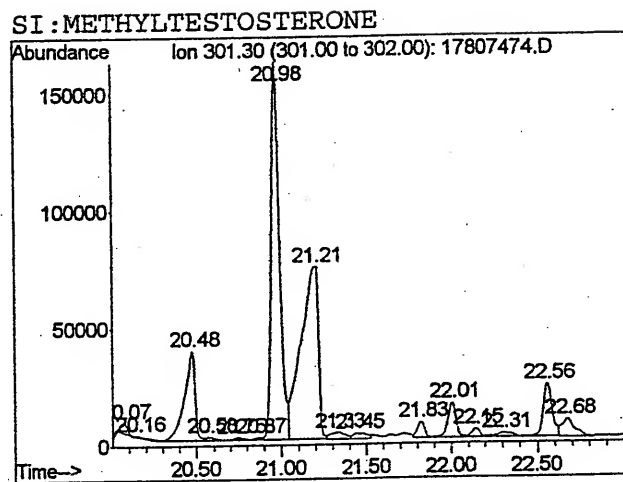
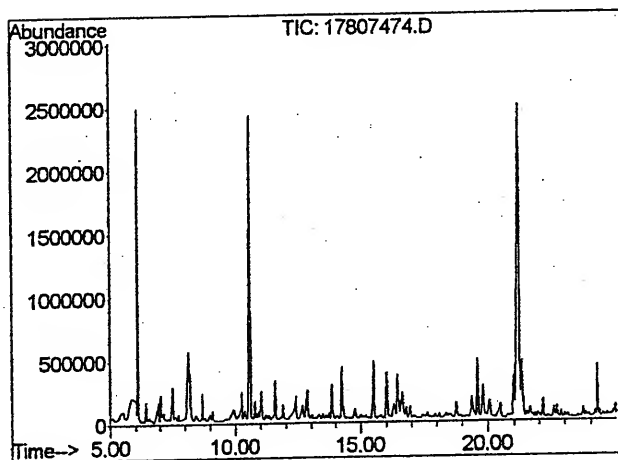
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.98	301.3	17méthyltestostérone	6399496	100.00	ng/ml
2)		18.56	432.4	epitestosterone	307234	5.20	ng/ml
3)		19.36	432.4	testosterone	3513238	61.37	ng/ml

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.4	11.8

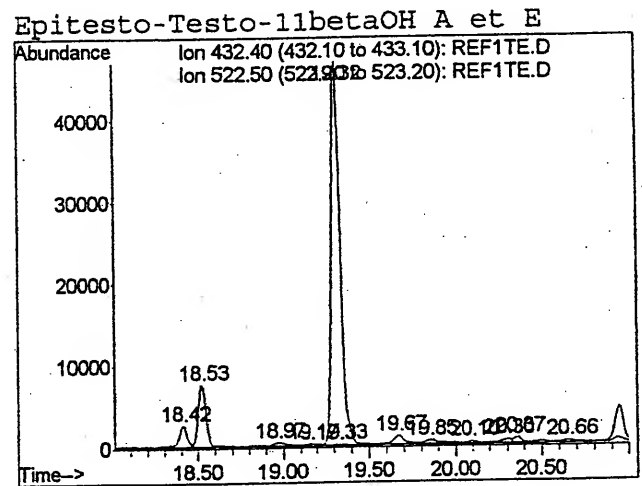
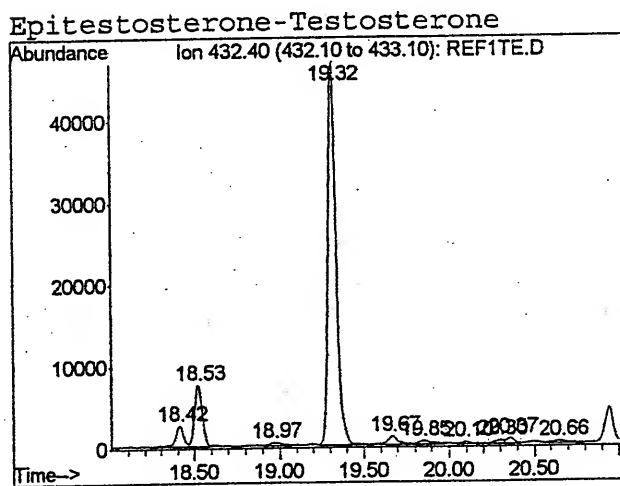
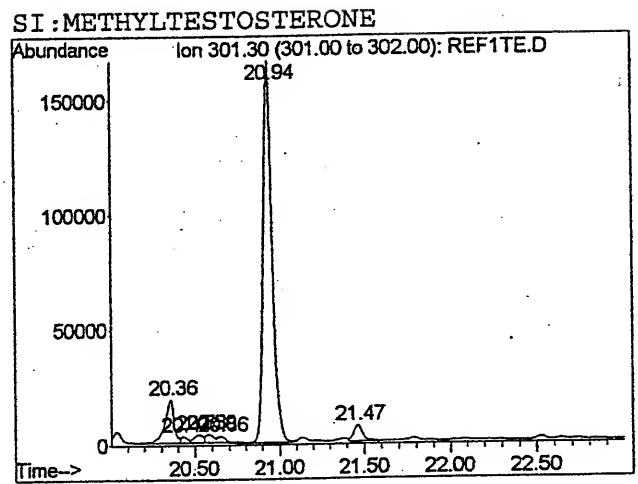
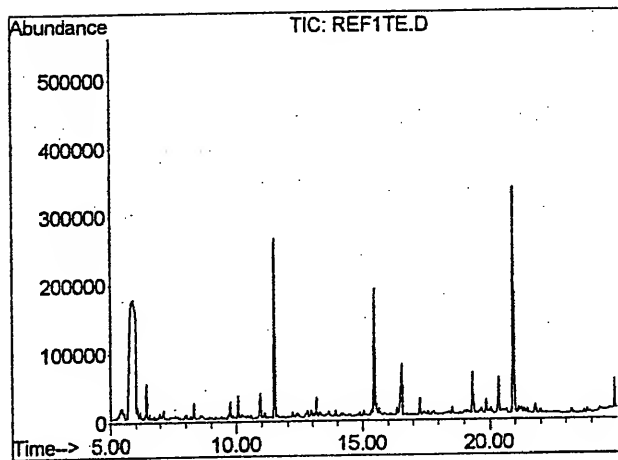
Operator: 28
 Date Acquired: 24 Jul 2006 13:28
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: 178/07 995474 te
 Misc Info:
 Vial Number : 4

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



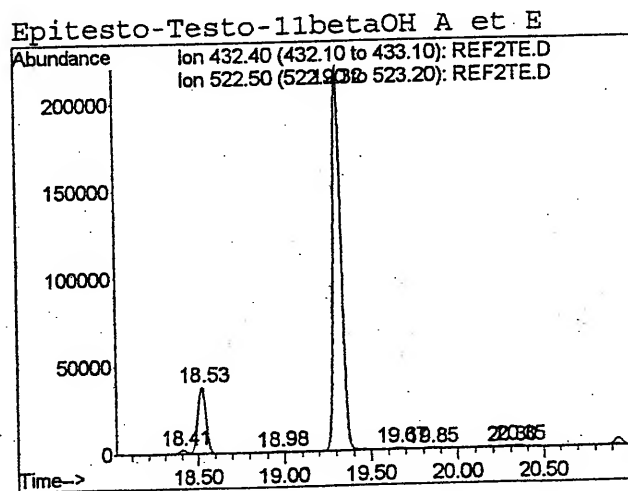
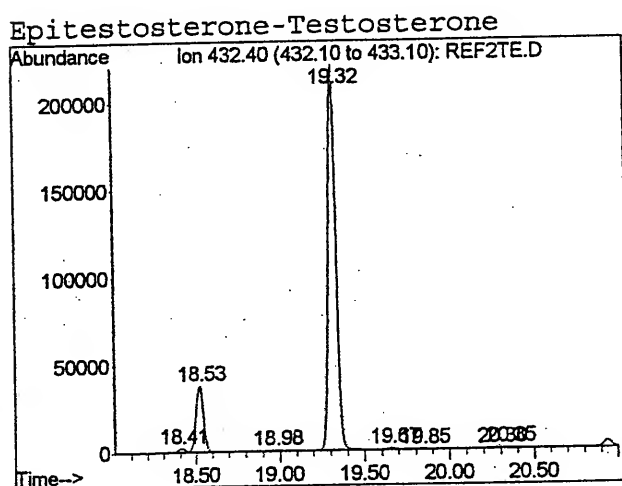
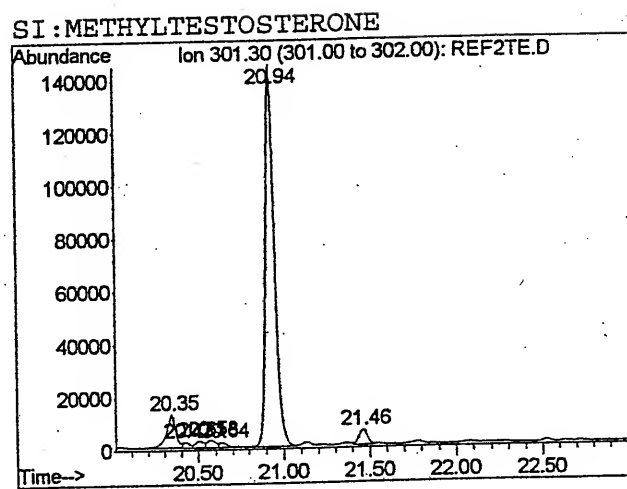
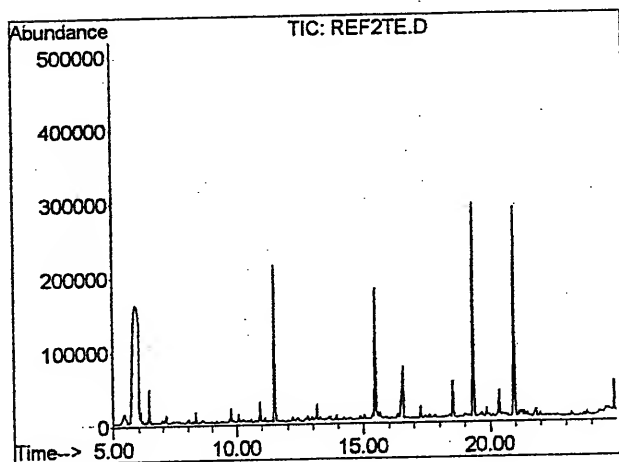
Operator: 28
 Date Acquired: 24 Jul 2006 15:01
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: blu t30 e5
 Misc Info:
 Vial Number : 6

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



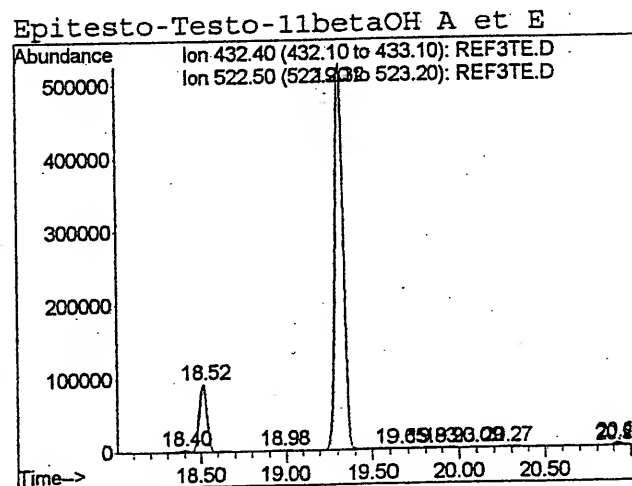
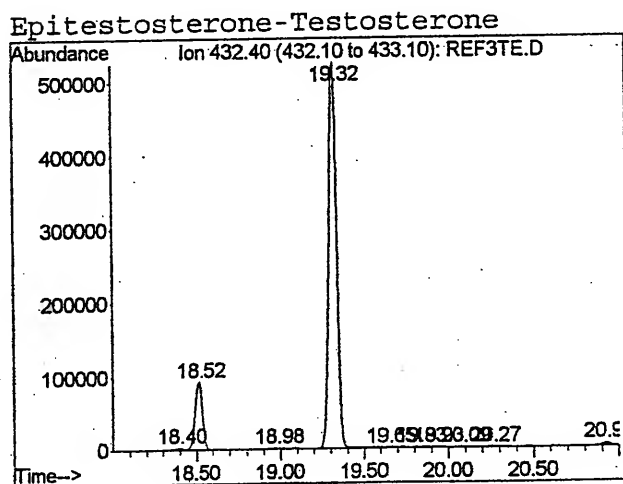
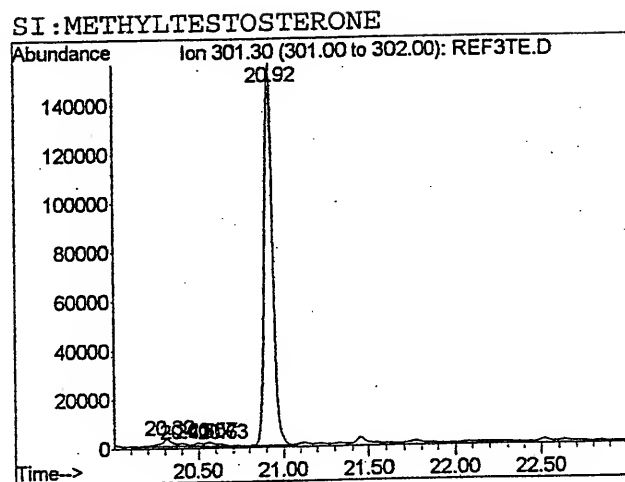
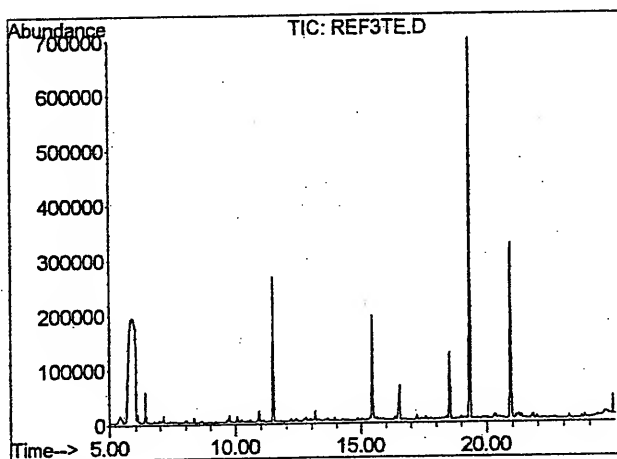
Operator: 28
 Date Acquired: 24 Jul 2006 15:32
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: blu t180 e30
 Misc Info:
 Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Operator: 28
Date Acquired: 24 Jul 2006 16:02
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t360 e60
Misc Info:
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : *NSD20*

Date : *24/04/06*

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui Non

X	
X	
X	

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD / 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),
44/69 (CO2) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

X	

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme - Fichier : *TP 4TE*
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :

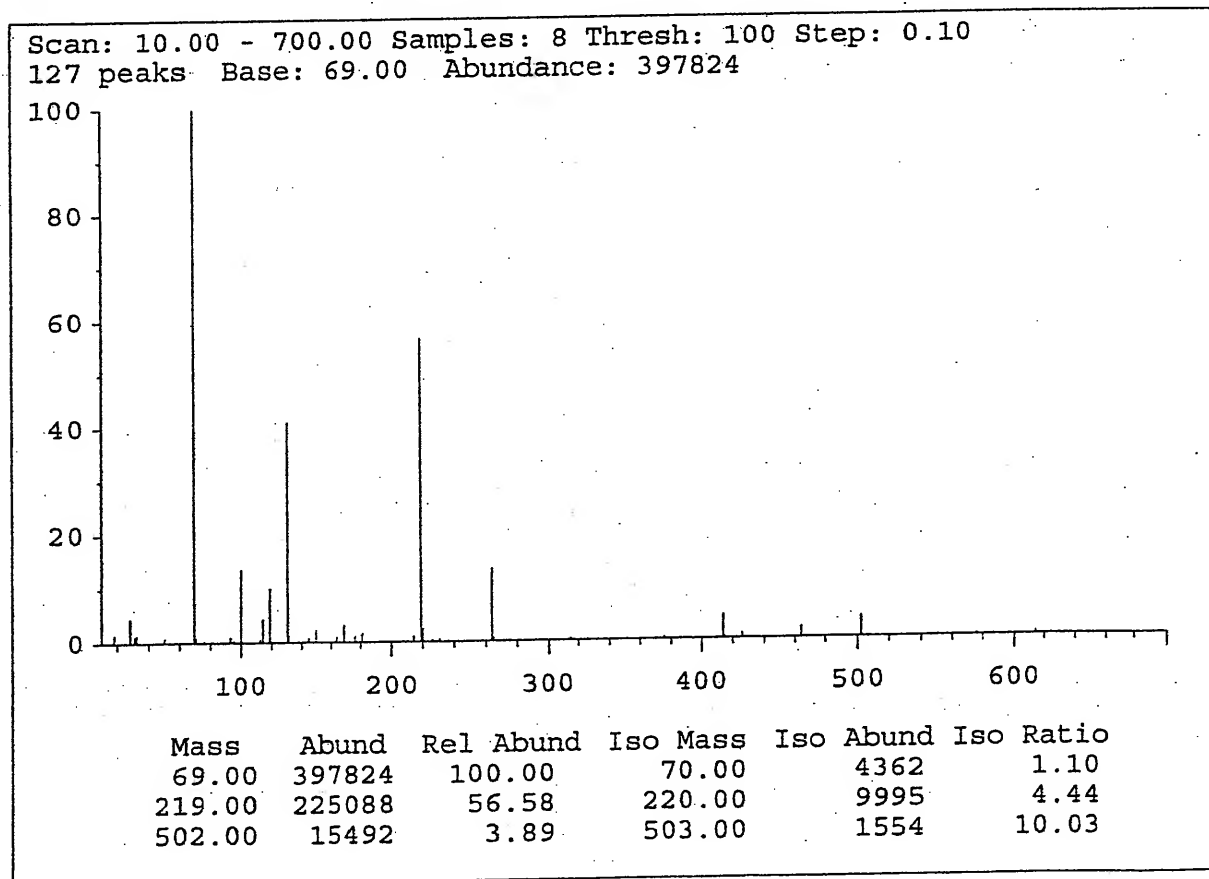
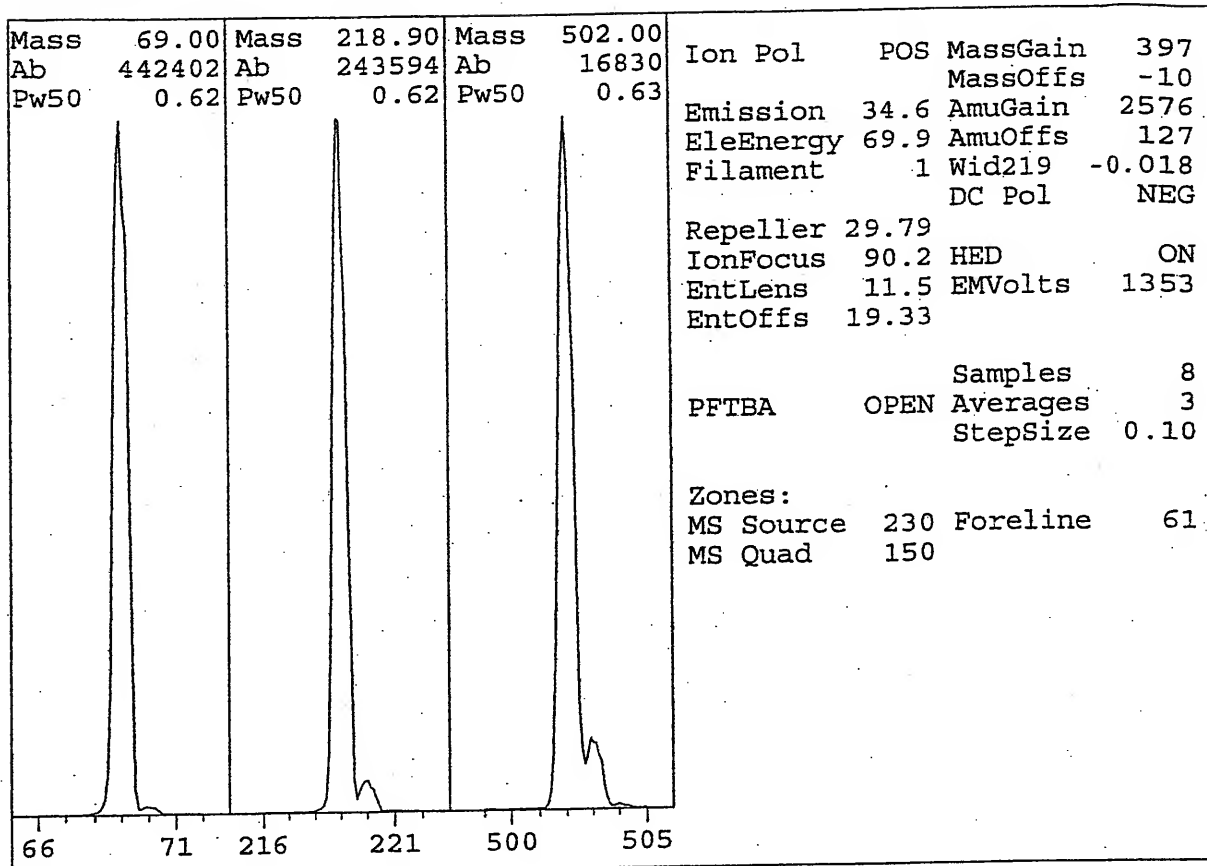
Oui Non

X	

Observations :

Code opérateur et paraphe : *Bro E*

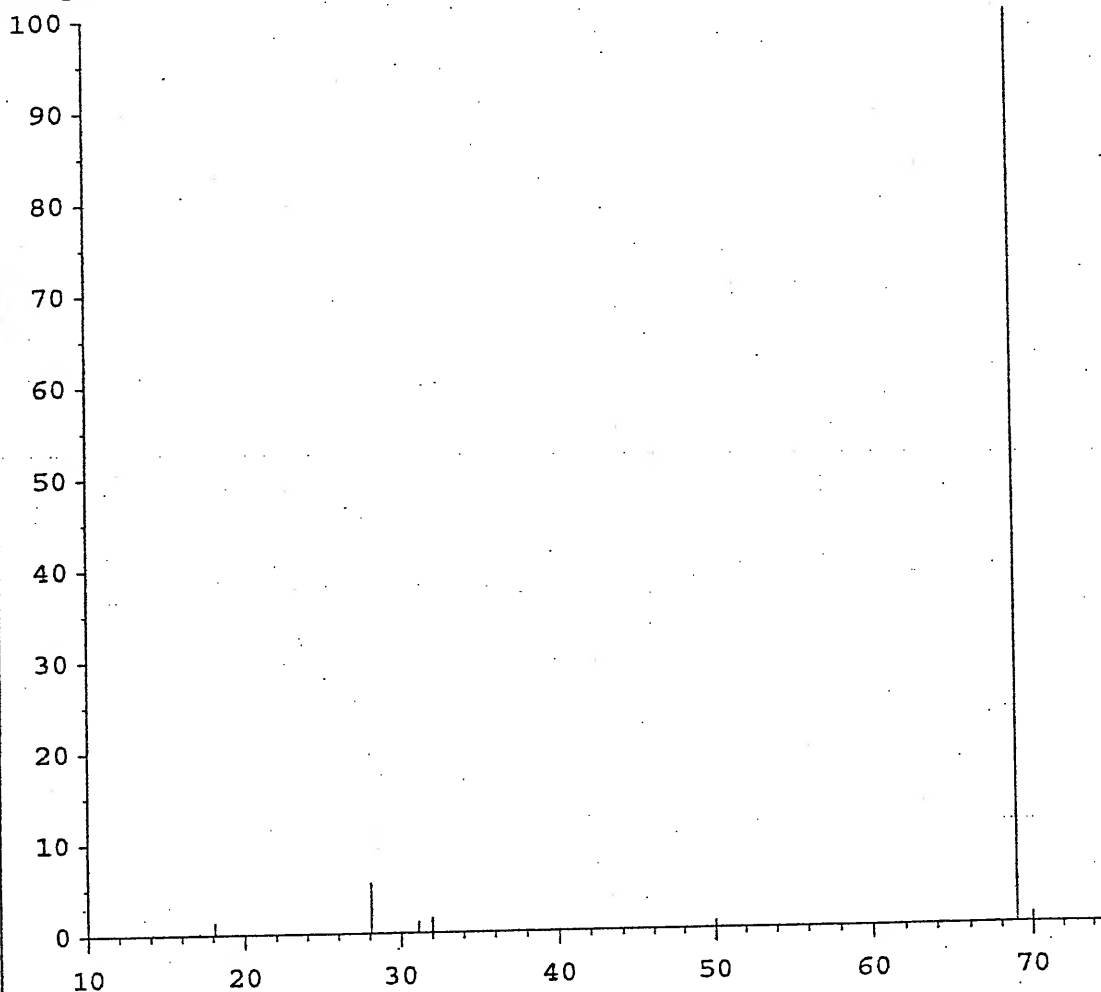
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil



Instrument: MSD 20
Mon Jul 24 11:16:34 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
65 peaks Base: 69.00 Abundance: 492800



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	492800	100.00	70.00	5635	1.14
18.10	7001	1.42	18.90	65	0.93
28.10	27608	5.60	29.00	335	1.21

Current Params used:

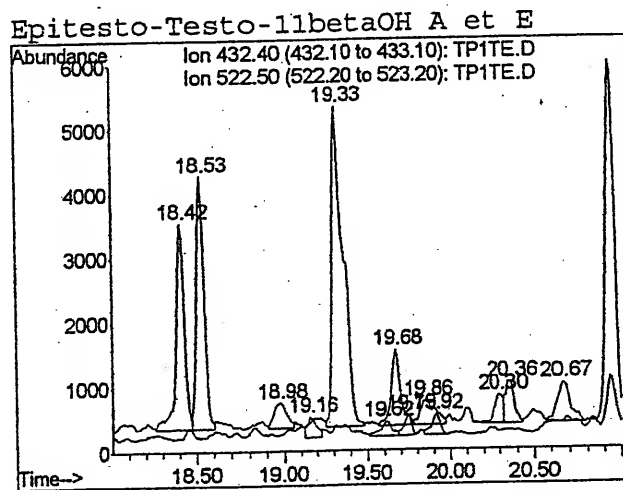
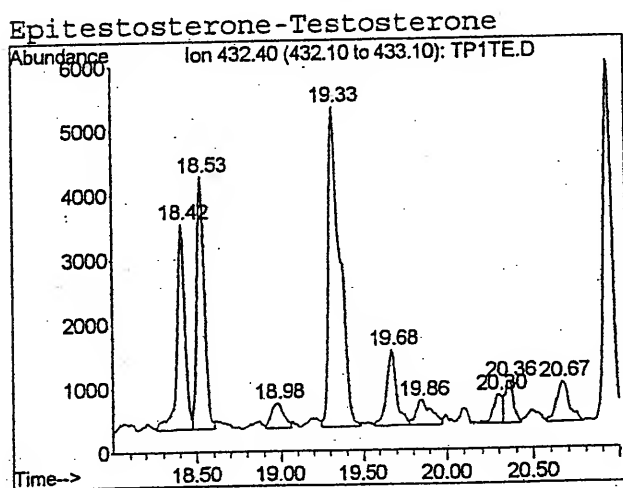
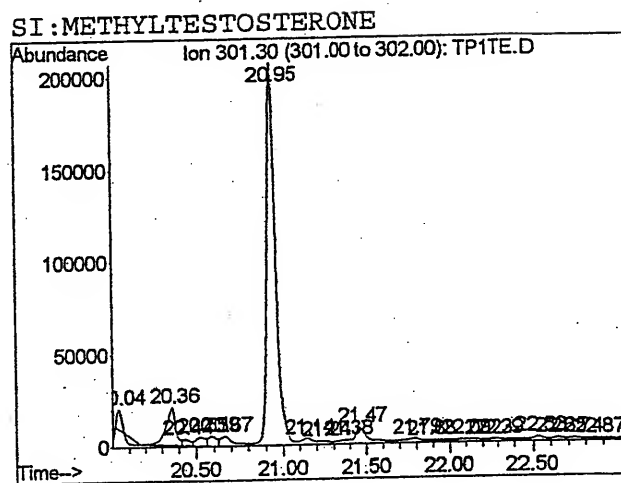
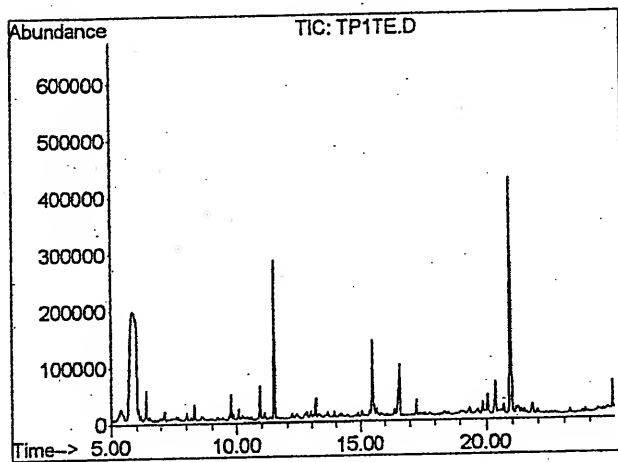
Rep = 29.8 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.42	Water%
28/69 = 5.60	Nitrogen%
32/69 = 1.69	Oxygen%
44/69 = 0.13	Carbon Dioxide%
28/18 = 394.34	Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2407\TP1TE.D
 Operator: 28
 Date Acquired: 24 Jul 2006 11:55
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: tp te2
 Misc Info:
 Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Code :	E-FCR-04B
		Version :	E
		Date :	29/05/2006
		Page :	1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E			

Paraphe : *nc*

Echantillon : 178/07 995474 Dilution : 1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto : 432 Ion de quantification SI : 301

Concentration de la référence 1 : Testostérone: 30 Epitestostérone : 5 T/E théorique : 6

Concentration de la référence 2 : Testostérone: 180 Epitestostérone : 30 T/E théorique : 6

Concentration de la référence 3 : Testostérone: 360 Epitestostérone : 60 T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testostérone	Surface Epitestostérone
REF1 REF1TE	5915926	1557516	234336
REF2 REF2TE	4981326	7052377	1211449
REF3 REF3TE	5130998	17023691	2929592
17807474	6399496	3513238	307234

RESULTAT DE L'ECHANTILLON

	Concentration Testostérone	Concentration Epitestostérone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	61,4 ng/mL	5,2 ng/mL	
Valeur finale	61,4 ng/mL	5,2 ng/mL	11,4

Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface) : 4

Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%

Valeur basse du rapport T/E : 8

Résultat :

Anormal :

☒

Valeur haute du rapport T/E : 14.8.

Inclassable :

☐

Négatif :

☐

Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1.025
Numéro du réfractomètre	2
Densité corrigée :	1.025
Facteur de correction	0.74
Concentration corrigée de Testostérone	45.4
Concentration corrigée d'Epitestostérone	3.9

PARAPHE

E

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

SECTION 2

TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

ASSURANCE QUALITE
LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Caféine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrine	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

LNDD

ENREGISTREMENT
(LISTE)

Codification : L-CONF-01

Date : 09/06/2006

2/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testosterone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immunodétection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β-hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immunochromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

EVOLUTIONS

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Méthylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Biohit 1-5ml
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube
préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymark
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans
tubes préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

CONFIDENTIEL

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

SPECIMEN

β-glucuronidase
Chambre froide à +4°C

Azote

**METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES
METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS**OpérationsMatérielRéactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube
les extraits du même échantillon :
Mettre de côté un tube sec
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans
les autres tubes et agiter 10s avant
de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex

Acétonitrile

SPECIMEN

Rincer les tubes transvasés avec
500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner
Vortex

Pyridine desséchée

Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du
tube en position quasi horizontale
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dérivier le tube bien fermé 1h00
à 60°C ou laisser
une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C

ou

Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile
Agiter 10 secondes
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml
Cônes Biohit

Acétonitrile
Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions
F1 (environ 2h00)
F2 (environ 1h30)
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F2 et F3

SPECIMEN

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

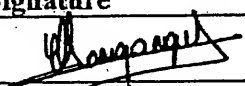
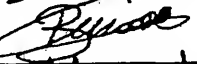

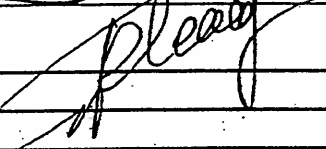
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

CONFIDENTIEL

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
SPECIMEN METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

**ASSURANCE QUALITÉ
LNDD**

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2
 Echantillon 2
 ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

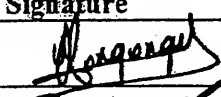
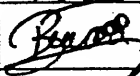

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

**ASSURANCE QUALITÉ
LNDD**

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
 Blanc urinaire 1 tube 2
 Blanc urinaire 1
 Echantillon 1 tube 1
 Echantillon 1 tube 2
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2 tube 1
 Blanc urinaire 2 tube 2
 Blanc urinaire 2

SPECIMEN

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1
 Echantillon 2 tube 2
 Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

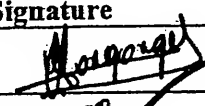
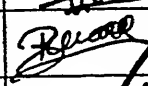
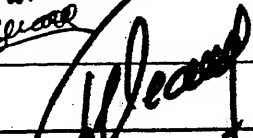
3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD

INSTRUCTION

Codification : I-EA -00

Version : C

Date : 08/09/2005

1 / 3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE
L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2: H₂O (ultrapure)
Voie 3: Acétonitrile
Voie 4: Rien
Voie 5: Rien
Voie 6: Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes
16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

SPECIMEN

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EA -00 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

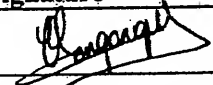
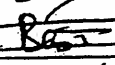
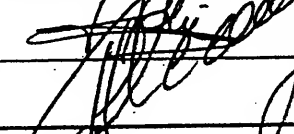
3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

178/07 995474

Sexe :

M ☒

F ☐

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

22/07/06

Heure :

9h05

Prise d'essai:

Volume:

3.2 mL

Heure:

11h20

Paraphe:

[Signature]

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	22/07/06	pHmet n° : 7	22.2	5.22	<i>[Signature]</i>
Densité	22/07/06	Refract n° : 2		1.025	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1.023

Prise d'essai :

1.6 mL

Paraphe :

[Signature]

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	22/07/06	11h25		Rapid Trace : RTISC	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		12h50		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	22/07/06	12h50	13h30	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	22/07/06	13h35		Code du tampon : 7050606-11	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		14h35	DLU* de la βGlu : 22/08/06 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	22/07/06	14h45		Rapid Trace : RTISC	<i>[Signature]</i>
	22/07/06		16h30		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	22/07/06	16h30	17h20	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Acétylation	22/07/06	17h25		DLU* Anhydride acétique : 9/11/06 DLU* Pyridine : 10/2006	
	22/07/06		19h05	Bain à sec (BSE) : S21 ou Température ambiante	<i>[Signature]</i>
Evaporation	22/07/06	19h05	19h35	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Troisième extraction	22/07/06	19h40		Rapid Trace : RTORD	
	23/07/06		9h05		<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Evaporation	23/07/06	9h05	10h40	Bain à sec (BSE) : n4	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Ajout SI, Mise en vial	23/07/06	10h40		Code du SI (0,2mg/mL) : H67- 003F	<i>[Signature]</i>
			10h45		
Evaporation	23/07/06	10h45		Bain à sec (BSE) : S21	
	23/07/06		10h55		<i>[Signature]</i>
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR .1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	5	10
Volume hexane (µl)	100	100	400

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	23/07/06	10h55			
Injection CG/MS	23/07/06	11h00		MSD 20	
	23/07/06		F3: 12h15 F1: 13h30 F2: 14h30		
Ajout du SI si nécessaire	23/07/06	F1: 13h20 F2: 14h15		Code du SI (200ng/μL) : H67-003F	
Evaporation	23/07/06	F1: 12h15 F1: 13h30 F2: 14h30	F3: 12h15 F1: 13h30 F2: 14h30	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	


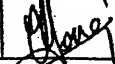
Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
injection GC/MS F2	23/07/06	14h30	15h00		
ajout SI évaporation	23/07/06	15h00	15h10		
reprise Hexane	23/07/06	15h10			

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	10	55	10
Volume final hexane (μl)	50	400	45

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	23/07/06	F3: 12h25 F1: 13h30 F2: 15h10			
Injection GC/C/IRMS	23/07/06	F3: 12h25 F1: 13h30 F2: 15h10		ISOPRIME 1	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

SECTION 2
TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.1 GC/MS analysis

----- TOPLEVEL PARAMETERS -----

Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Method Sections To Run:

() Save Copy of Method With Data
() MSTOP Pre-Run Cmd/Macro =
() Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
() Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
(X) Data Acquisition
(X) Data Analysis
() MSTOP Post-Run Cmd/Macro =
() Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
() Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:
This is the default method

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

----- INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS -----

===== 6890 GC METHOD =====

OVEN

Initial temp: 70 'C (On)
Initial time: 1.00 min

Maximum temp: 325 'C
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	30.00	270	12.00
2	10.00	300	3.00
3	0.0 (Off)		

Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
Run time: 25.67 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Splitless
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 145.0 kPa (On)
Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
Total flow: 25.4 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091s-433
Max temperature: 325 'C
Nominal length: 30.0 m
Nominal diameter: 250.00 um
Nominal film thickness: 0.25 um
Mode: constant pressure
Pressure: 145.0 kPa
Nominal initial flow: 2.3 mL/min
Average velocity: 56 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

COLUMN 2

(not installed)

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 1

FRONT DETECTOR ()

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
 Type: test plot
 Save Data: Off
 Zero: 0.0 (Off)
 Range: 0
 Fast Peaks: Off
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
 Description:
 Initial temp: 300 'C (On)
 Initial time: 0.00 min
 # Rate Final temp Final time
 1 0.0(Off)

BACK DETECTOR ()

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
 Type: test plot
 Save Data: Off
 Zero: 0.0 (Off)
 Range: 0
 Fast Peaks: Off
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes 0
 Sample Pumps 3
 Injection Volume 1.0 microliters
 Syringe Size 10.0 microliters
 PostInj Solvent A Washes 3
 PostInj Solvent B Washes 3
 Viscosity Delay 3 seconds
 Plunger Speed Fast
 PreInjection Dwell 0.00 minutes
 PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:

0 parameters specified

Column 1 Inventory Number : ?
 Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
 Acquisition Mode : Scan

MS Information

Solvent Delay : 9.00 min
 EM Absolute : False
 EM Offset : 0
 Resulting EM Voltage : 1811.8

[Scan Parameters]

Low Mass : 50.0

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 2

High Mass : 550.0
Threshold : 150
Sample # : 2 A/D Samples 4
Plot 2 low mass : 50.0
Plot 2 high mass : 550.0

[MSZones]

S Quad : 150 C maximum 200 C
S Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
C:\temp\IRMS.L 90

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 3

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent

Non-Reference Window: 5.00 Percent

Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

*** Empty Quantitation Database ***

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 4

USADA 0127

116

Additional Information for STER1FS.M
File created Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FSKETO.M
Tue Apr 20 14:52:43 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Wed Nov 09 18:43:55 2005

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 5

USADA 0128

117

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2006\Juil06\2307.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\JUIL06\2307\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

Line	Sample Name/Misc Info
1) Calibration 1	2307MixAc01
Datafile	MAN_52
Method	
2) Blank 2	blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
3) Sample 3	
Datafile	17807474F3
Method	MAN_52
4) Blank 4	blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
5) Sample 5	
Datafile	17807474F1
Method	MAN_52
6) Blank 6	blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
7) Sample 7	
Datafile	17807474F2
Method	MAN_52
8) Sample 7	
Datafile	17807474F2b
Method	MAN_52

Séquence vérifiée par :49.....

Remarques :

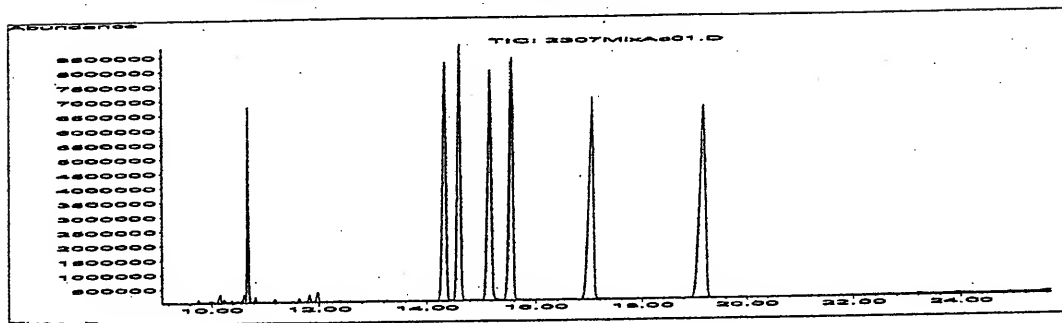
Last Modified: Sun Jul 23 10:17:10 2006

Page: 1

USADA 0129

118

Data File Name 2307MixAc01.D
 Data File Path D:\MsD22\Juil06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 10:19
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 50
 Vial Number 1
 Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	10,892,705
Etiuchanolone AC	14.35	1.343	272	20,821,485
Androsterone AC	14.62	1.367	272	35,520,111
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.419	256	20,304,691
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.57	1.456	316	28,264,859
11 KetoEtiuchanolone AC	17.07	1.597	271	27,735,914
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.20	1.796	284	35,625,886

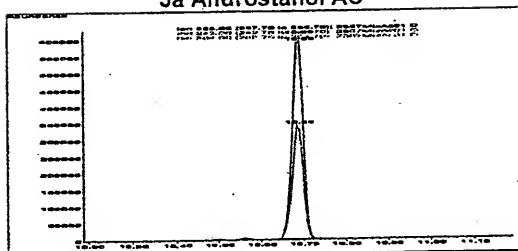
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,496,221	105.5
Etiuchanolone AC	257	13,275,551	63.8
Androsterone AC	257	15,144,189	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	18,349,659	90.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	16,541,690	58.5
11 KetoEtiuchanolone AC	191	23,029,104	83.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,053,051	56.3

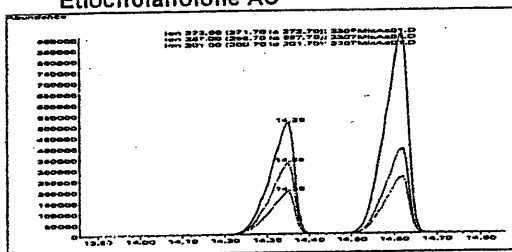
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,139,162	56.4
Etiuchanolone AC	201	7,984,811	38.3
Androsterone AC	218	10,868,162	30.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,646,481	77.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	13,817,358	48.9
11 KetoEtiuchanolone AC	286	16,604,214	59.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	9,962,084	28.0

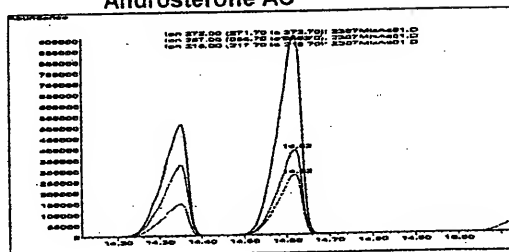
5a Androstanol AC



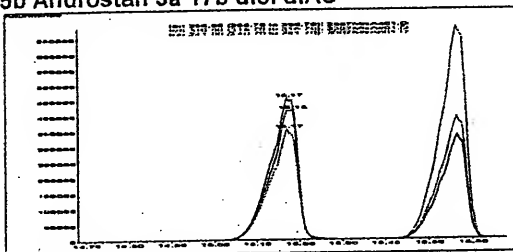
Etiocholanolone AC



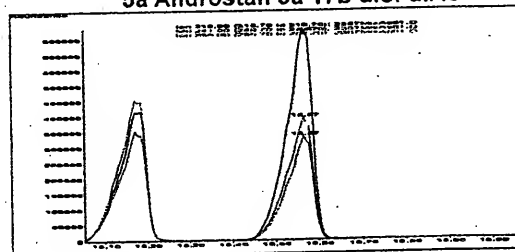
Androsterone AC



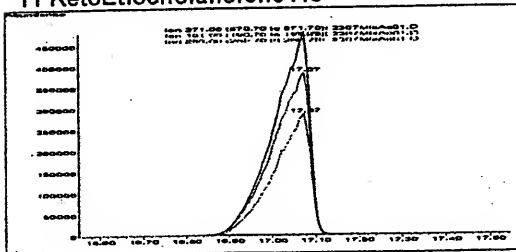
5b Androstan 3a 17b diol diAC



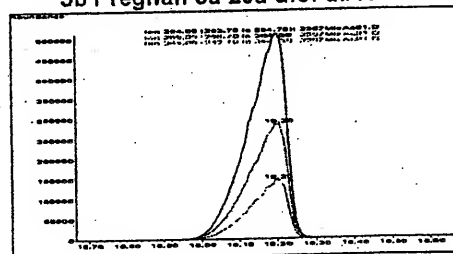
5a Androstan 3a 17b diol diAC



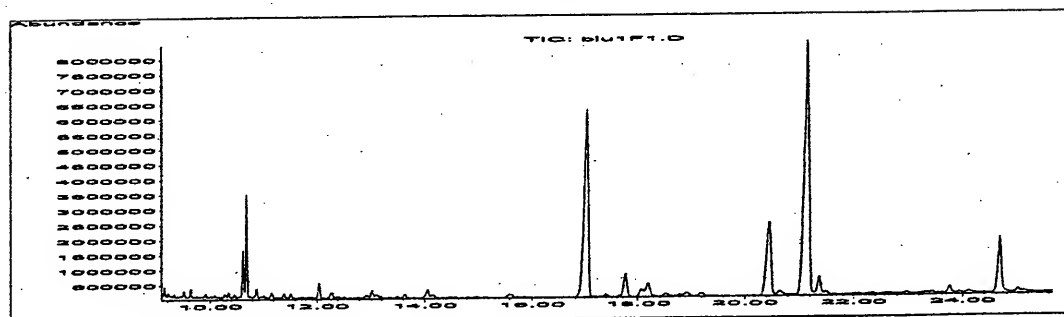
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F1.D
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 12:10
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F1
 Vial Number 4
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,234,507
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.04	1.596	271	23,056,534
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

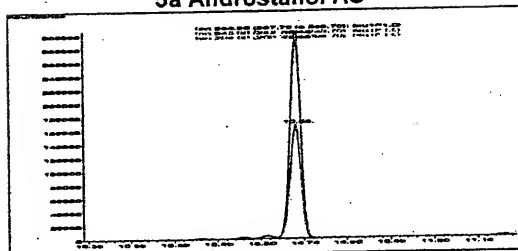
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,447,955	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,045,346	82.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

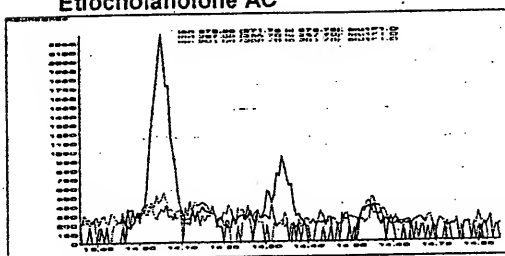
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,943,791	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,914,444	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

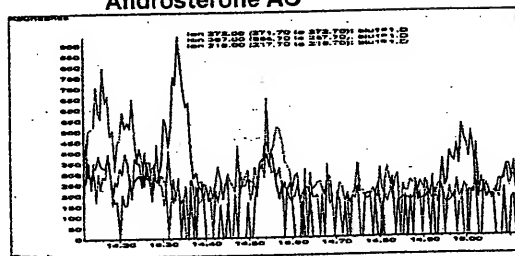
5a Androstanol AC



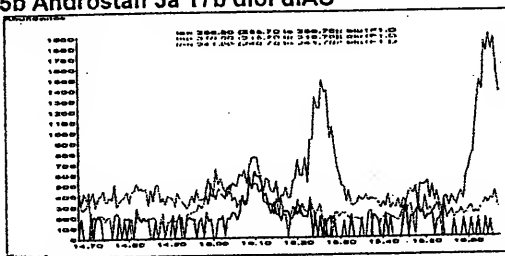
Etiocholanolone AC



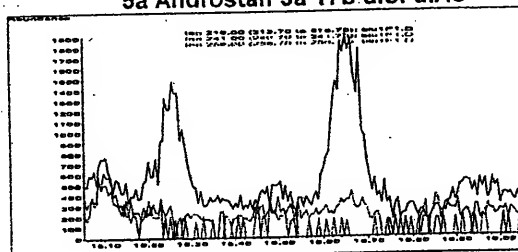
Androsterone AC



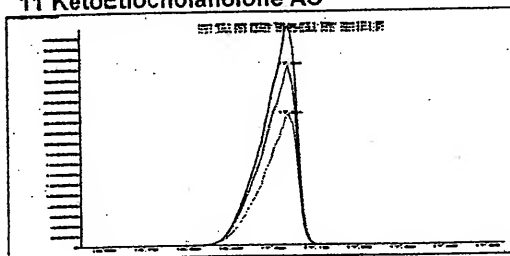
5b Androstan 3a 17b diol diAC



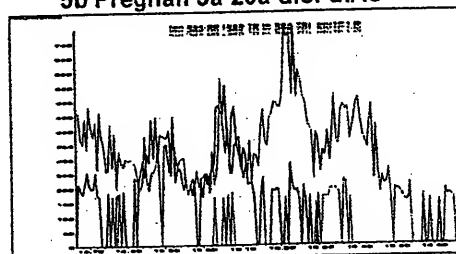
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F1.D

Data File Path D:\MSd22\Juil06\2307\

Operator 49

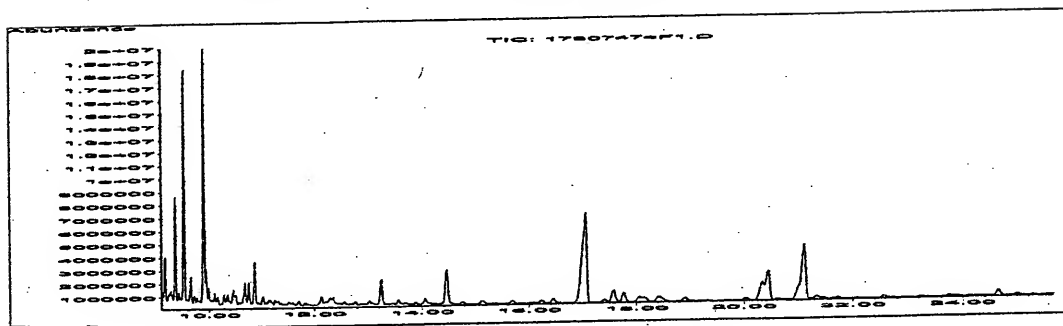
Date Acquired 7/23/2006 12:42

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	2,672,512
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	27,520,882
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

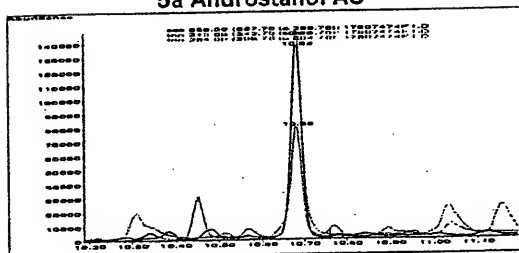
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,977,015	111.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,323,512	81.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

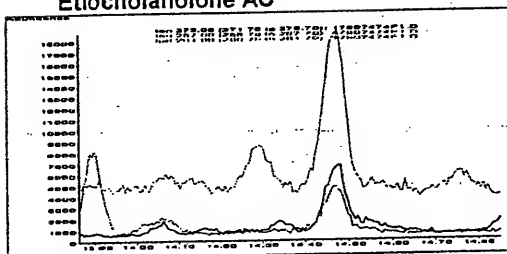
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,719,112	64.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,694,242	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

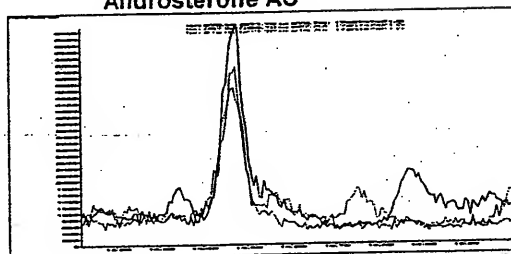
5a Androstanol AC



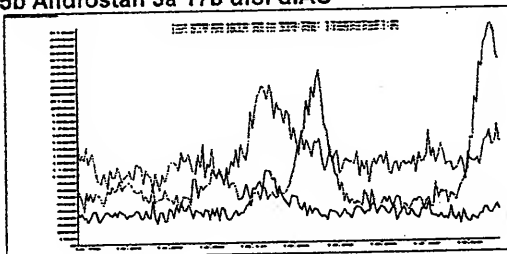
Etiocholanolone AC



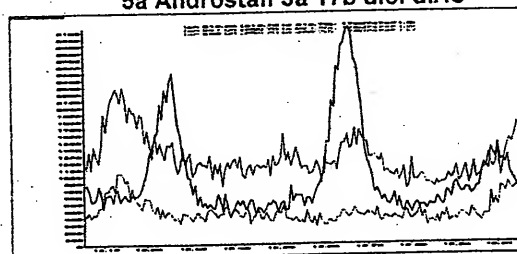
Androsterone AC



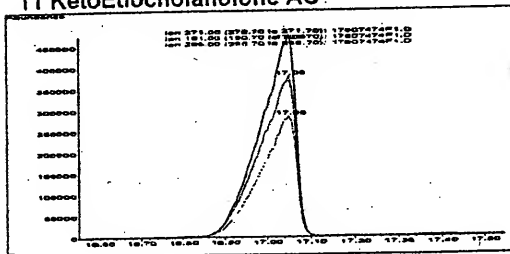
5b Androstan 3a 17b diol diAC



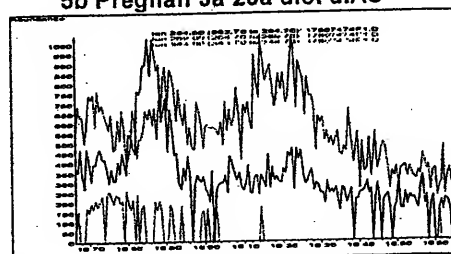
5a Androstan 3a 17b diol diAC



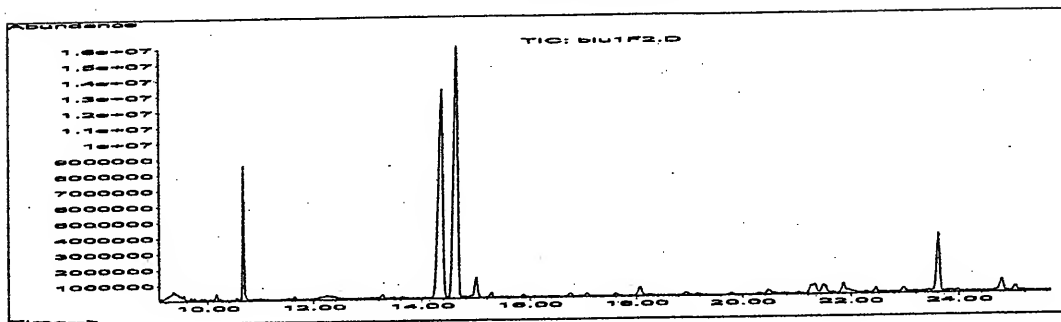
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F2.D
 Data File Path D:\MsD22\Juil06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 13:15
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F2
 Vial Number 6
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	14,356,335
Etiocholanolone AC	14.39	1.347	272	46,218,242
Androsterone AC	14.66	1.373	272	92,159,652
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

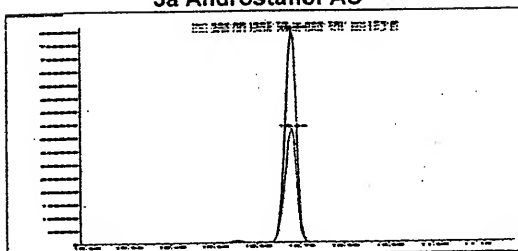
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	14,913,181	103.9
Etiocholanolone AC	257	29,244,244	63.3
Androsterone AC	257	39,385,747	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

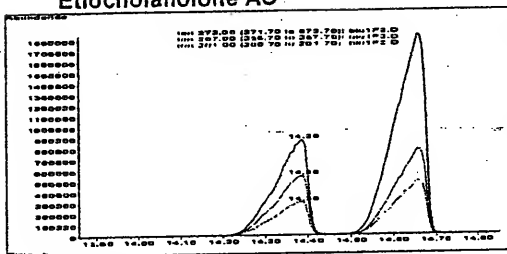
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,892,527	55.0
Etiocholanolone AC	201	16,995,418	36.8
Androsterone AC	218	26,814,361	29.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

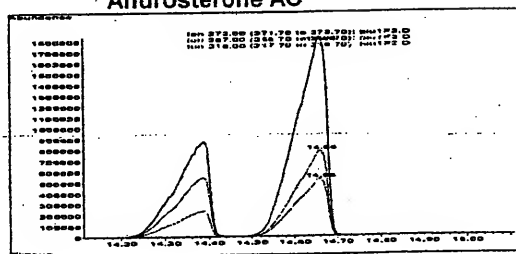
5a Androstanol AC



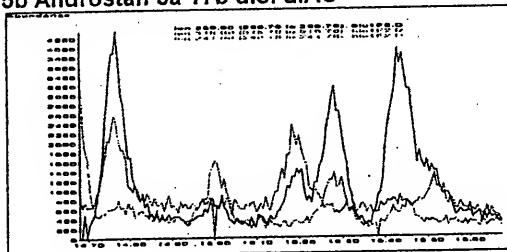
Etiocholanolone AC



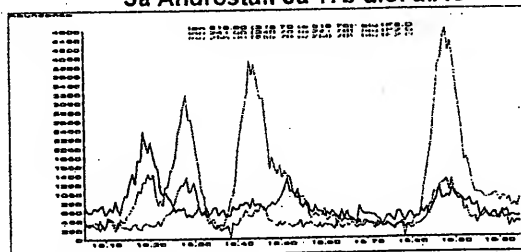
Androsterone AC



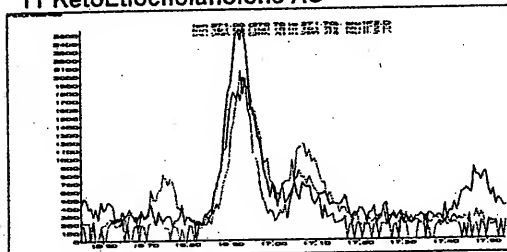
5b Androstan 3a 17b diol diAC



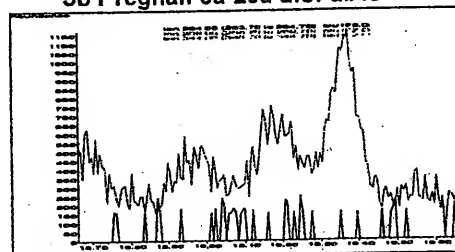
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F2b.D

Data File Path D:\MsD22\Juil06\2307\

Operator 49

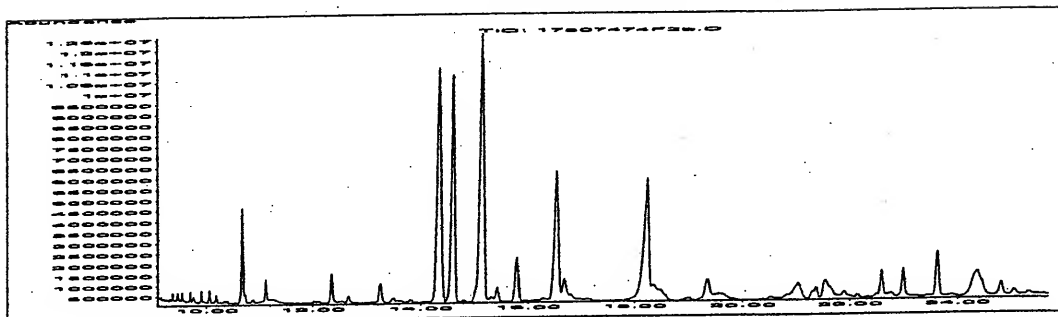
Date Acquired 7/23/2006 14:33

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	6,790,329
Etiucholanolone AC	14.38	1.345	272	30,616,404
Androsterone AC	14.65	1.370	272	44,803,237
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiucholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

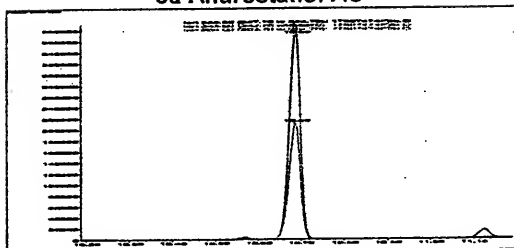
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,142,048	105.2
Etiucholanolone AC	257	19,396,055	63.4
Androsterone AC	257	19,255,218	43.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiucholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

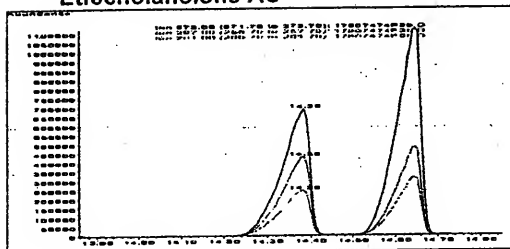
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,868,152	57.0
Etiucholanolone AC	201	11,568,610	37.8
Androsterone AC	218	13,516,338	30.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiucholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

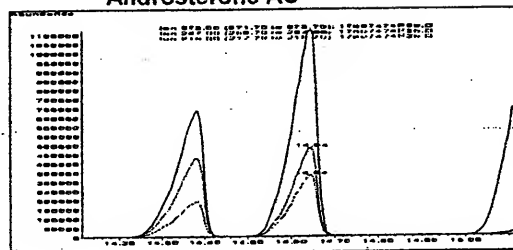
5a Androstanol AC



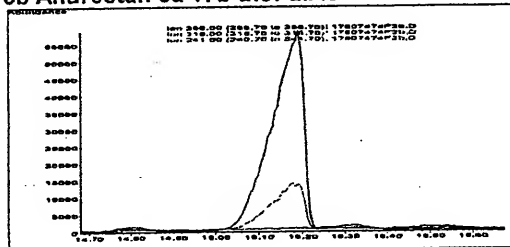
Etiocholanolone AC



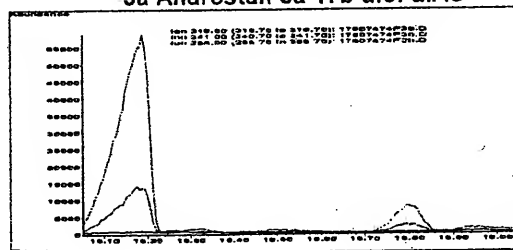
Androsterone AC



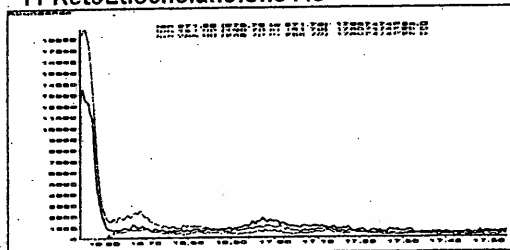
5b Androstan 3a 17b diol diAC



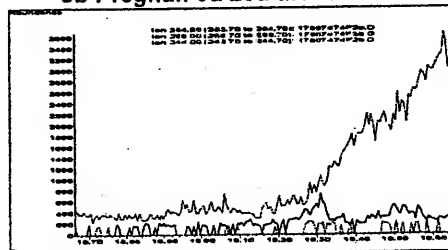
5a Androstan 3a 17b diol diAC



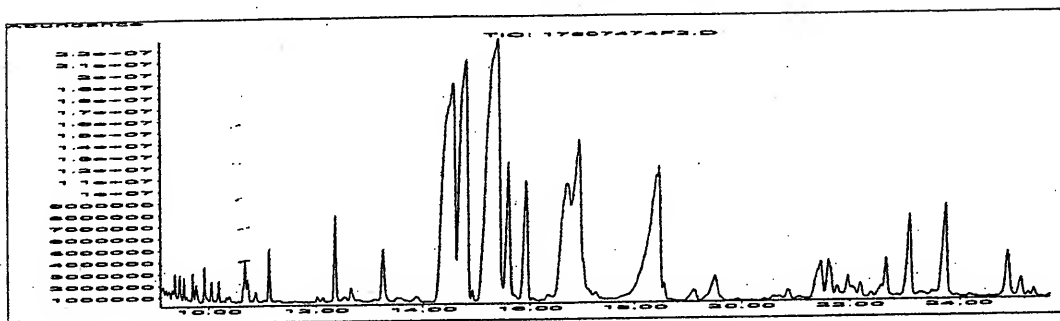
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F2.D
 Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 13:47
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name 178/07 995474 F2
 Vial Number 7
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	4,709,923
Etiocholanolone AC	14.58	1.365	272	169,848,822
Androsterone AC	14.84	1.388	272	213,976,918
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

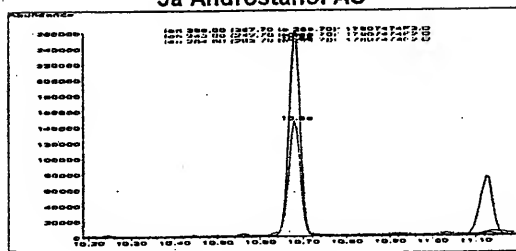
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,011,709	106.4
Etiocholanolone AC	257	104,358,276	61.4
Androsterone AC	257	91,230,541	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

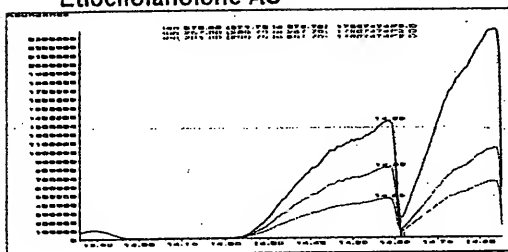
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,896,716	61.5
Etiocholanolone AC	201	59,514,197	35.0
Androsterone AC	218	61,028,102	28.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

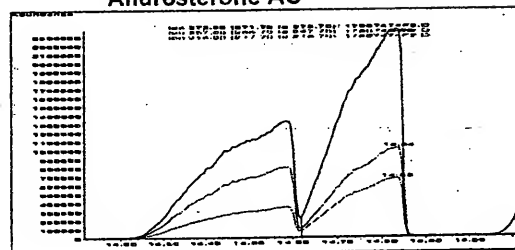
5a Androstanol AC



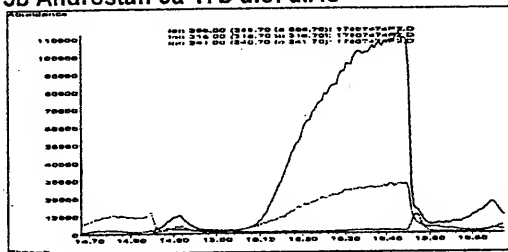
Etiocholanolone AC



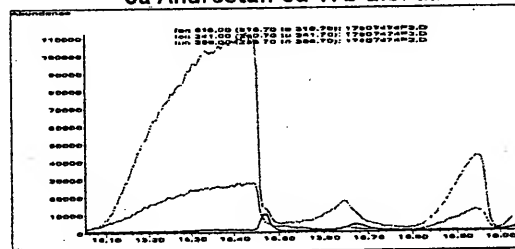
Androsterone AC



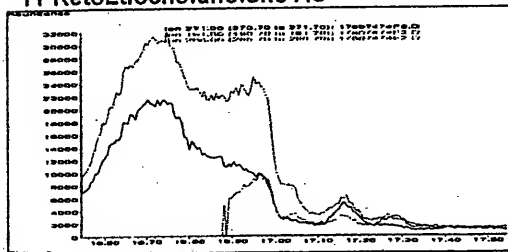
5b Androstan 3a 17b diol diAC



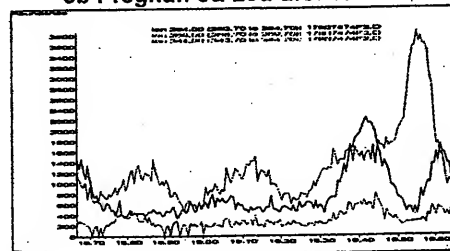
5a Androstan 3a 17b diol diAC



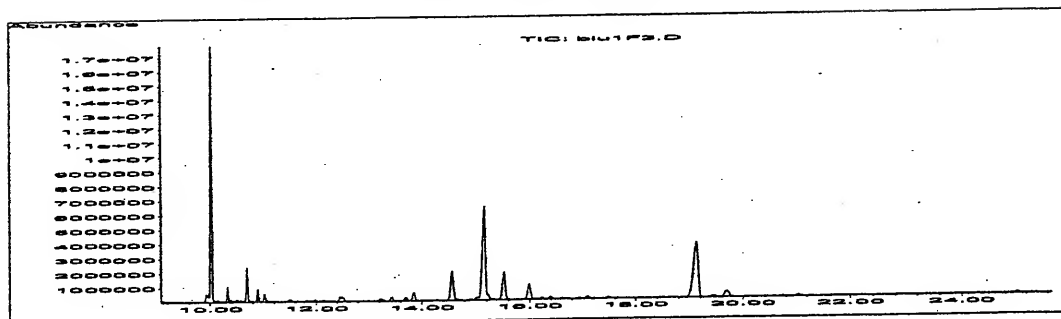
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1F3.D
 Data File Path D:\MsD22\Juil06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 11:00
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F3
 Vial Number 2
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	3,476,361
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.420	256	15,597,241
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.452	316	5,215,670
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.14	1.792	284	16,549,438

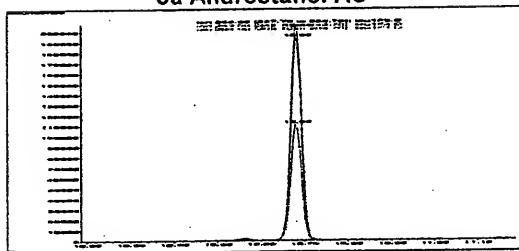
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,650,999	105.0
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,170,551	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,187,095	61.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,365,521	56.6

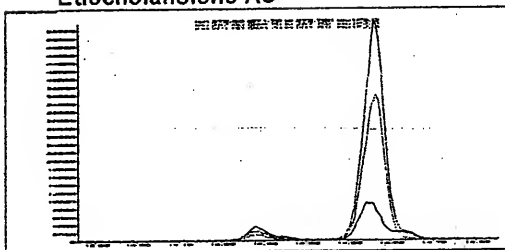
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,954,169	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,280,836	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,634,418	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,508,073	27.2

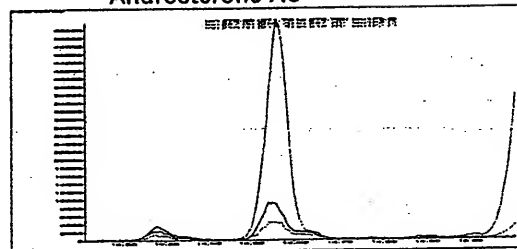
5a Androstanol AC



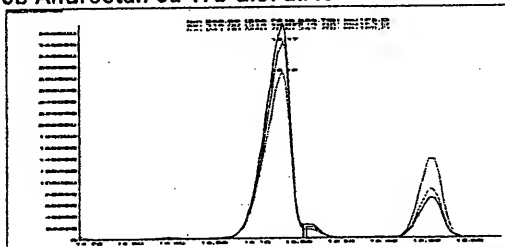
Etiocholanolone AC



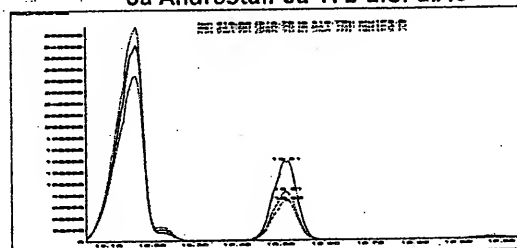
Androsterone AC



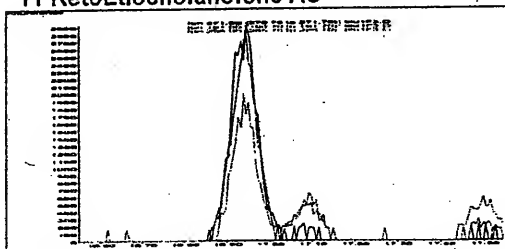
5b Androstan 3a 17b diol diAC



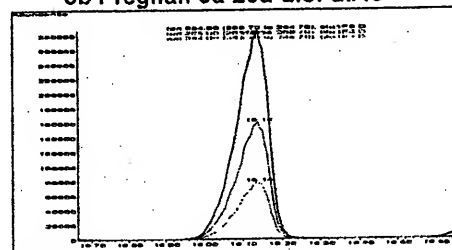
5a Androstan 3a 17b diol diAC



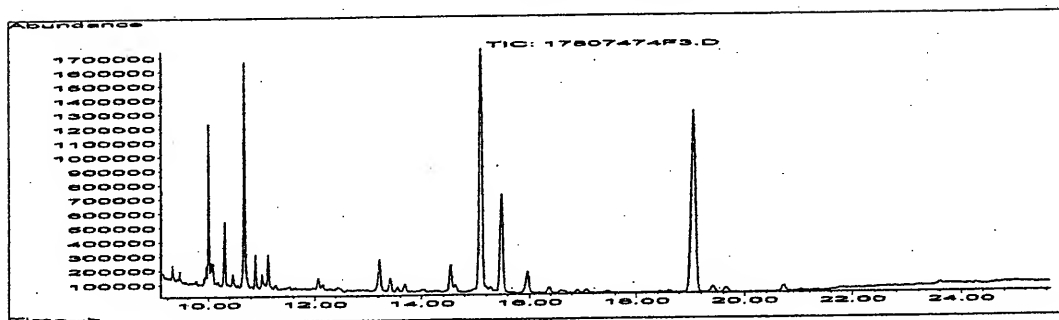
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 17807474F3.D
 Data File Path D:\Msd22\Jul06\2307\
 Operator 49
 Date Acquired 7/23/2006 11:33
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name 178/07 995474 F3
 Vial Number 3
 Misc Info 178/07 995474 Fraction 3 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	2,492,729
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	3,658,105
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	1,968,201
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.06	1.786	284	4,951,688

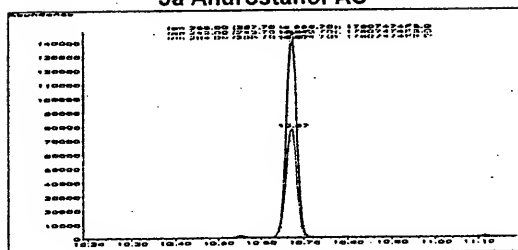
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,615,044	104.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,242,469	88.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,199,926	61.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	2,833,947	57.2

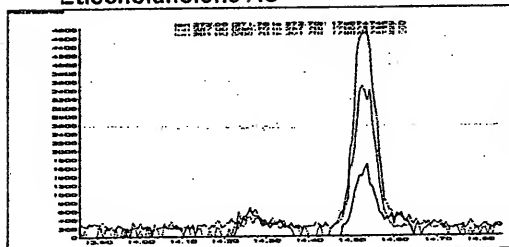
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,395,444	56.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,877,543	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	985,712	50.1
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	1,343,347	27.1

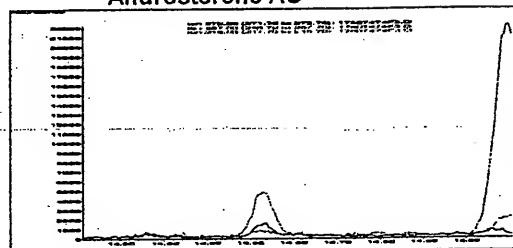
5a Androstanol AC



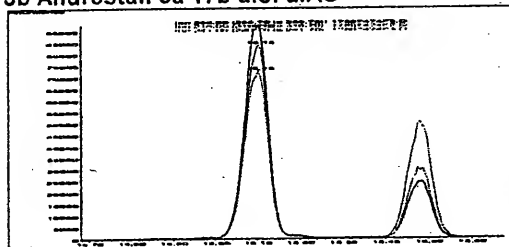
Etiocholanolone AC



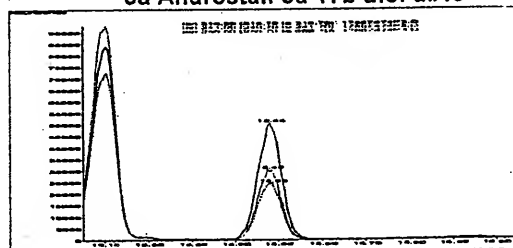
Androsterone AC



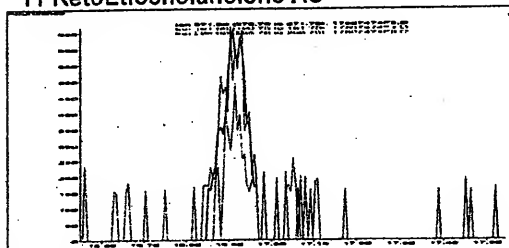
5b Androstan 3a 17b diol diAC



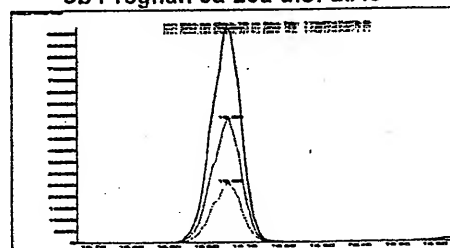
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 107106

Date : 23/07/06

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),
44/69 (CO2) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

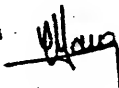
Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme – Fichier : 2307 Nickel
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :

Oui	Non
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

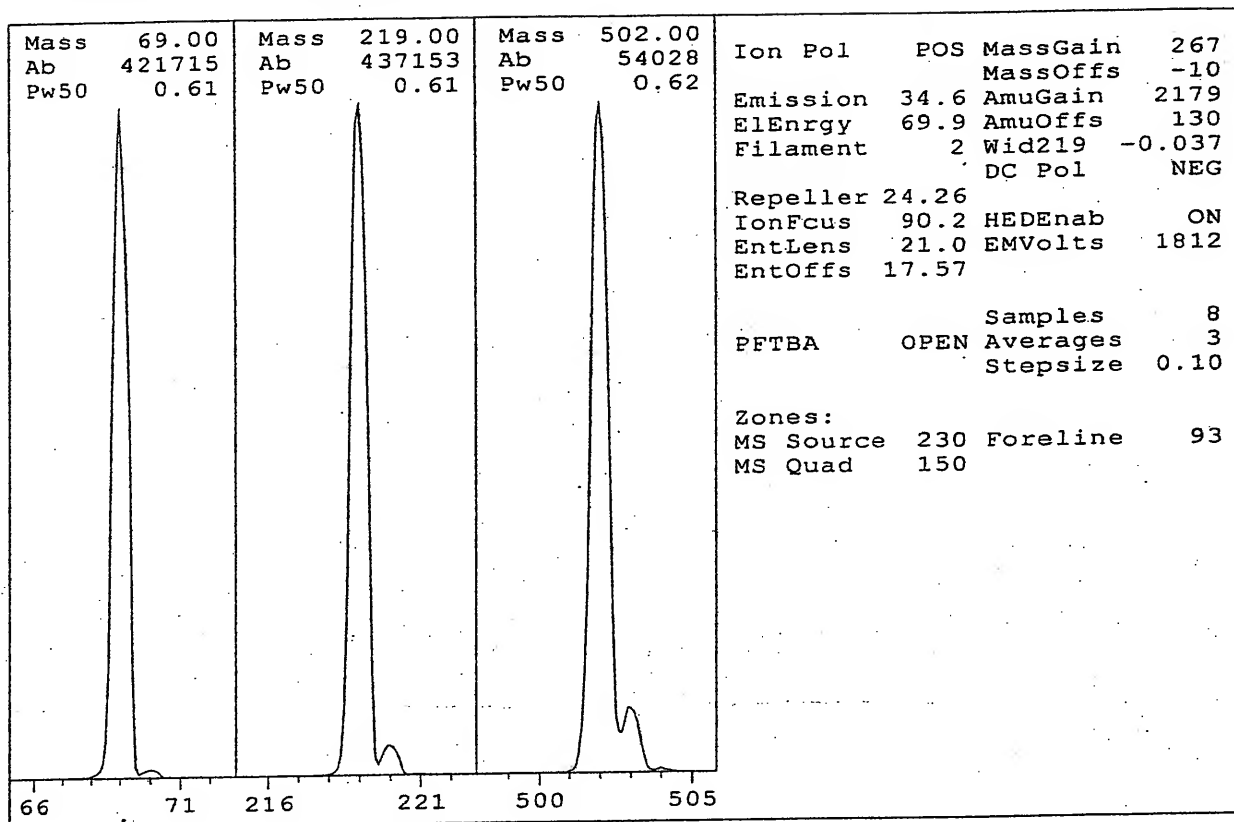
Observations :

Code opérateur et paraphe : 49 

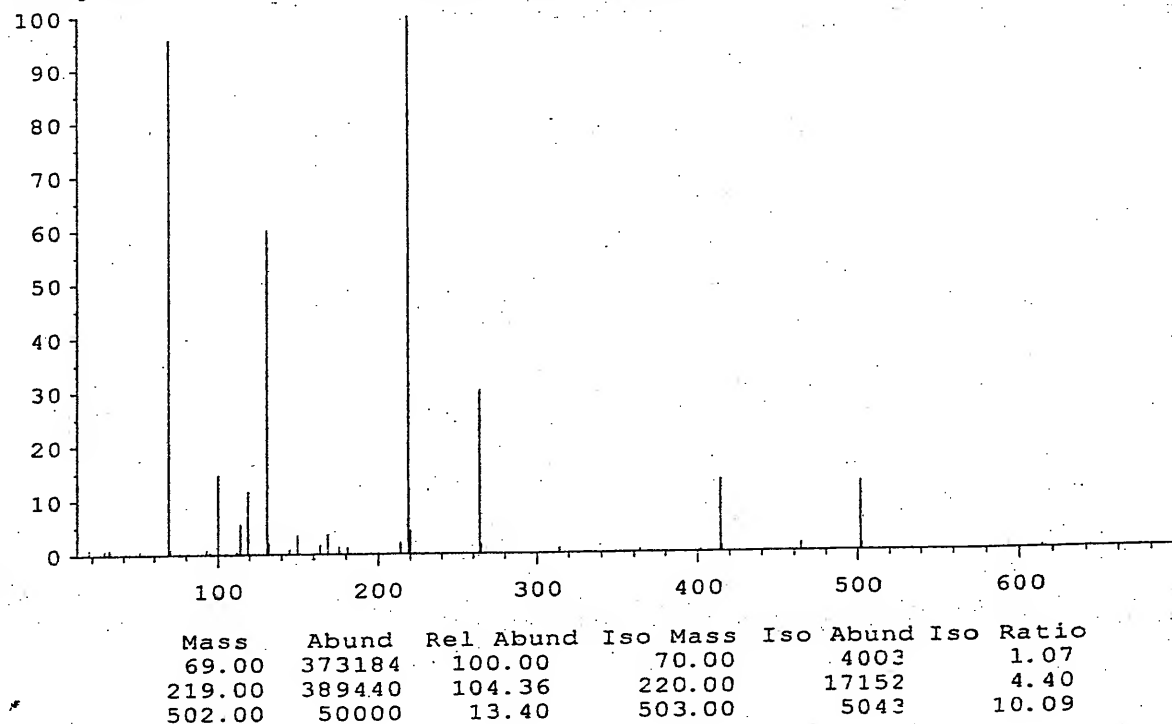
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Sun Jul 23 10:11:55 2006
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
119 peaks Base: 219.00 Abundance: 389440

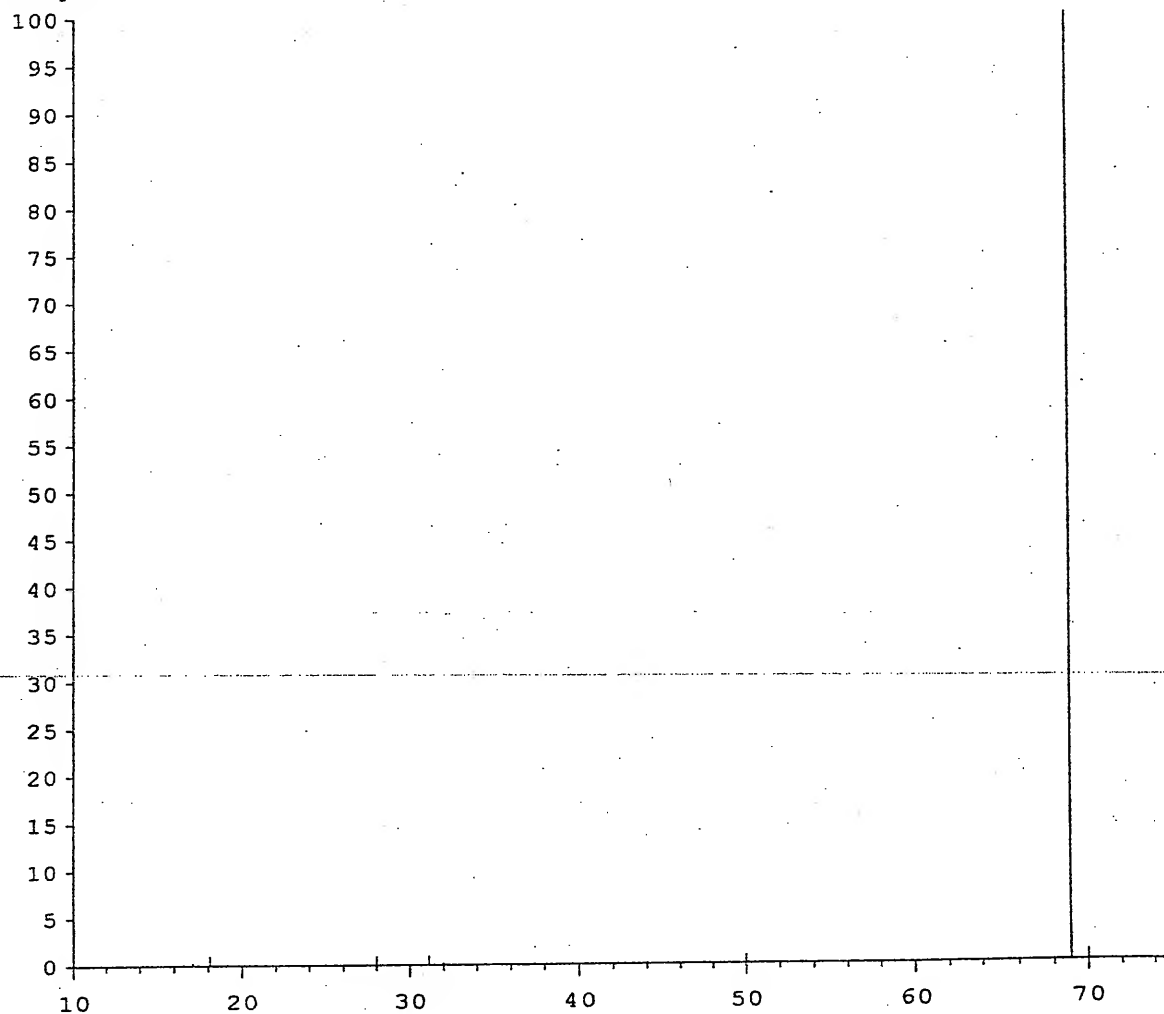


5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Sun Jul 23 10:12:58 2006

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
69 peaks Base: 69.00 Abundance: 322304

Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	322304	100.00	70.00	3612	1.12
18.10	3336	1.04	19.00	34	1.02
28.00	3013	0.93	28.90	58	1.92

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 1.04	Water%
28/69 = 0.93	Nitrogen%
32/69 = 0.28	Oxygen%
44/69 = 0.17	Carbon Dioxide%
28/18 = 90.32	Nitrogen/Water%

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon : 178/07 995474

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives

> 50%	il est admis	+/- 10% (en absolu) de variation
25 <ab< 50%		+/- 20% (en relatif)
< 25%		+/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: X Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10.69	10.69	10.69	10.67
Fichier	2307MixAc01	17807474F1	17807474F2b	17807474F3

Substance caractérisée : 11 Kétoétiocholanolone AC Fichier : 17807474F1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	17.07	1.597	100	83	59.9	17.05	1.596	100	81.1	60.7
Tolérance basse	16.90	1.581		73	49.9					
Tolérance haute	17.24	1.613		93	69.9					

Concordance des Tr : oui X non
 Concordance des Trr : oui X non
 Concordance globale des abondances relatives : oui X non

Substance caractérisée : Etiocholanolone AC Fichier : 17807474F2b

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.35	1.343	100	63.8	42.6	14.38	1.345	100	63.4	37.8
Tolérance basse	14.21	1.330		53.8	34.08					
Tolérance haute	14.49	1.356		73.8	51.12					

Concordance des Tr : oui X non
 Concordance des Trr : oui X non
 Concordance globale des abondances relatives : oui X non

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-FCR-09
Version : A
Date : 31/01/2006
2/3

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

17807474F2b

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.62	1.367	100	42.6	30.6	14.65	1.370	100	43	30.2
Tolérance basse	14.47	1.353		34.08	24.48					
Tolérance haute	14.77	1.381		51.12	36.72					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.17	1.419	100	90.4	77.1	15.1	1.415	100	88.6	78.7
Tolérance basse	15.02	1.405		80.4	67.1					
Tolérance haute	15.32	1.433		100.4	87.1					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.57	1.456	100	58.5	48.9	15.48	1.450	100	61	50.1
Tolérance basse	15.41	1.441		48.5	39.12					
Tolérance haute	15.73	1.471		68.5	58.68					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prégnane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

17807474F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19.2	1.796	100	56.3	28	19.06	1.786	100	57.2	27.1
Tolérance basse	19.01	1.778		46.3	22.4					
Tolérance haute	19.39	1.814		66.3	33.6					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

USADA 0150

139

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-PCR-05
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr : oui ☐ non ☐
 Concordance des Trr : oui ☐ non ☐
 Concordance globale des abondances relatives : oui ☐ non ☐

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr : oui ☐ non ☐
 Concordance des Trr : oui ☐ non ☐
 Concordance globale des abondances relatives : oui ☐ non ☐

Paraphe et code opérateur :

49 *[Signature]*

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes : oui ☒ non ☐

Paraphe et code opérateur :

10 CB

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

SECTION 2

TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.2 Isotopic ratio analysis

LNDD

MODE OPÉRATOIRE

Codification : M-AN -41

Version : B

Date :28/10/2005

1 / 2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES
METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRICOLONNE

Type:
Longueur:
Diamètre interne:
Epaisseur du film:

DB17-MS JW Scien 122.4732

30m

0.25mm

0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

INJECTION

Mode:
Température injecteur:
Volume injecté:
Solvants de rinçage ALS:

Splitless (insert splitless)

280°C

1µl-4µl

Solvant A: Acétonitrile

Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale:
Gradient de température:

70°C pendant 1 min

70→271°C à 30°C/min

271°C→281°C à 0.6°C/min

281°C pendant 3 min

281→300°C à 5°C/min

300°C pendant 5 min

45 min

Ajuster le SI à environ 870s

Température finale:
Temps d'analyse:
Pression constante:

INTERFACE

Piège à eau:
Ligne de transfert:
Four à combustion:

-100°C

350°C

850°C

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:
Programmation de l'acquisition:

ions 44, 45 et 46

Temps d'acquisition total:2580s

à 100s RG open

à 130s RG close

à 160s RG open

à 190s RG close

à 220s RG open

à 250s RG close

à 750s HS close

à 2000s HS open

à 2400s RG open

à 2430s RG close

à 2460s RG open

à 2490s RG close

à 2510s RG open

à 2540s RG close

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD

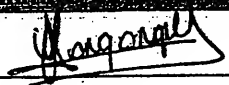
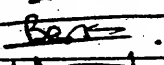
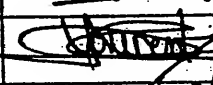
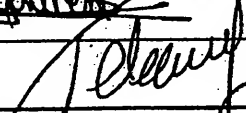
MODE OPÉRATEUR

Version : B

Date :28/10/2005

2 / 2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES
METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

Prénom	Nom	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

Batch Data Processing Results

Data File Name : 230706
 Autorun Setup File Name : 230706
 Blank Subtraction : Disabled
 Background Subtraction : Disabled
 Reference Gas : Enabled
 Ref Gas Delta (C13) : -34.50
 Ref Gas Delta (O18) : -19.30
 Current Time : 21:23:49
 Current Date : 23/07/06

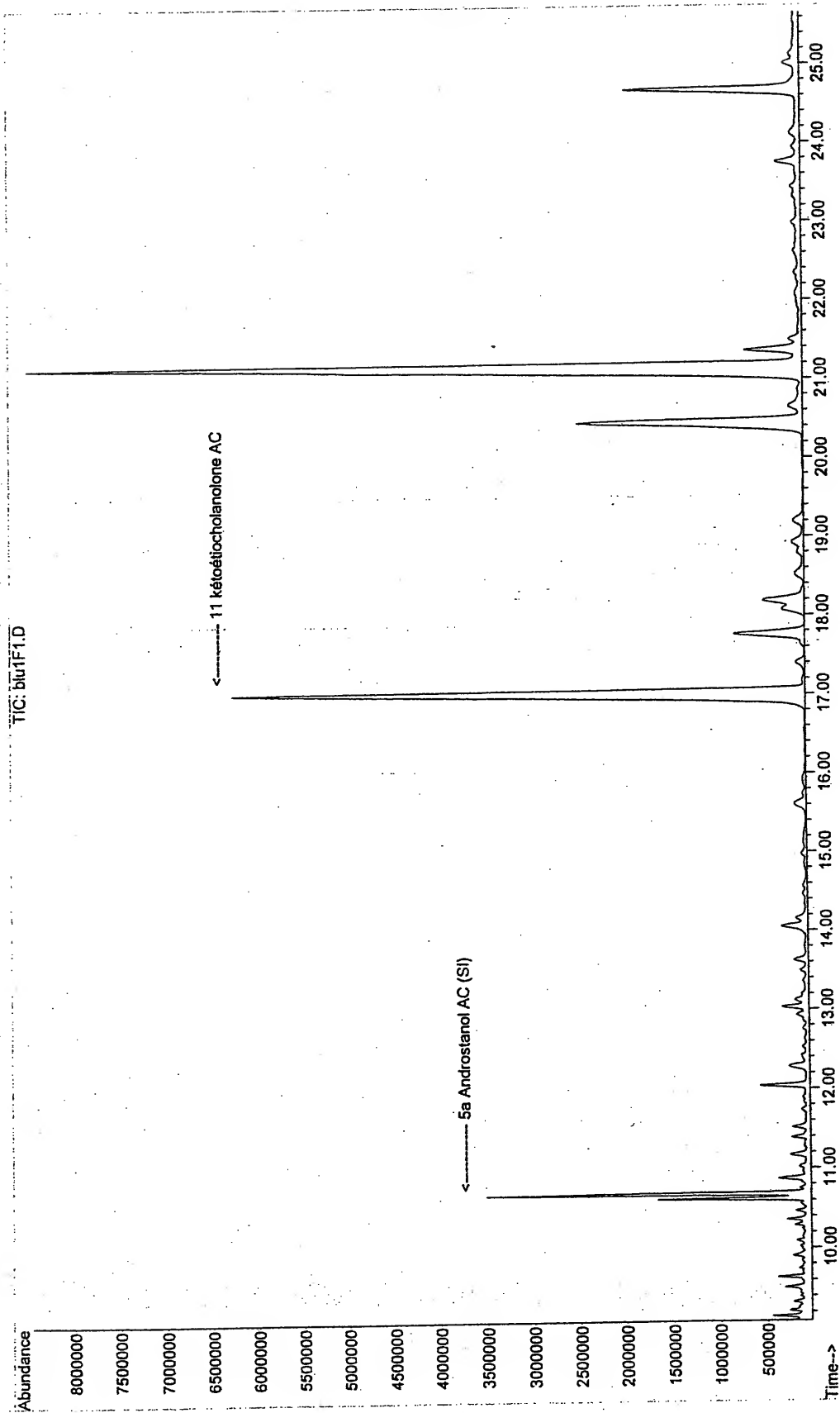
Sample Details		Elemental Isotopic			
No.	Name	Weight (mg)	Ref Type	% Comp (C)	Delta (C13) (O18)
1	stabilite 1	0.000	Sam		
2	stabilite 2	0.000	Sam		
3	stabilite 3	0.000	Sam		
4	Mix cal IRMS 003-1	0.000	Sam		-31.51 -41.1
5	Mix cal IRMS 003-2	0.000	Sam		-32.22 -39.5
6	Mix cal IRMS 003-3	0.000	Sam		-31.59 -40.3
7	Mix cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	-
8	Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	-30
9	178/07 995474 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	-3
10	Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	-30
11	178/07 995474 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	-3
12	Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul			0.000 Sam	-2
13	178/07 995474 F2/400ul inj 1ul			0.000 Sam	-
14	Mix Cal Acetate 001A-2	0.000	Sam		-25.21

Sample Details		Weight (mg)	Ref Type	Atom % (C13)	Atom % XS (C13)
1	stabilite 1	0.000	Sam		
2	stabilite 2	0.000	Sam		
3	stabilite 3	0.000	Sam		
4	Mix cal IRMS 003-1	0.000	Sam	1.07659	-0.0346
5	Mix cal IRMS 003-2	0.000	Sam	1.07582	-0.0354
6	Mix cal IRMS 003-3	0.000	Sam	1.07651	-0.0347
7	Mix cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08310 -
8	Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	1.07733 -0.
9	178/07 995474 F3/45ul inj 2ul			0.000 Sam	1.07699 -0
10	Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07809 -0.
11	178/07 995474 F1/50ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07812 -0
12	Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07960 -0
13	178/07 995474 F2/400ul inj 1ul			0.000 Sam	1.07095 -
14	Mix Cal Acetate 001A-2	0.000	Sam		-25.21

Séquence vérifiée par : 49

Remarques :

File : D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F1.D
 Operator : 49
 Acquired : 23 Jul 2006 12:10 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: Blu 1 F1
 Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL
 Vial Number: 4



Data Processing Results

Data File Name : DATA_010
 Folder : 230706
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul
 Sample ID :
 Sample Position : 5
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 13:11:34 Date : 23/07/06
 Current Time : 13:56:19 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.633E-8	1.1780E-2	4.2529E-3
182.6	8.640E-8	1.1780E-2	4.2531E-3
242.7	8.674E-8	1.1780E-2	4.2530E-3
2423.5	8.603E-8	1.1779E-2	4.2523E-3
2483.5	8.553E-8	1.1779E-2	4.2524E-3
2533.5	8.673E-8	1.1780E-2	4.2528E-3

Std Dev Of Fit 1.5656E-7 1.9660E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	867.0	3.68E-9	1.5842E-8	1.1815E-2	4.1787E-3	-30.80	-58.95	-36.42	15
	1473.5	3.27E-9	3.4193E-8	1.1885E-2	4.1658E-3	-24.55	-59.30	-39.40	18
	1763.2	1.29E-9	1.4952E-8	1.1865E-2	4.1785E-3	-26.44	-58.27	-36.43	17
	1826.6	3.77E-9	4.6201E-8	1.1879E-2	4.1729E-3	-25.16	-57.89	-37.73	16

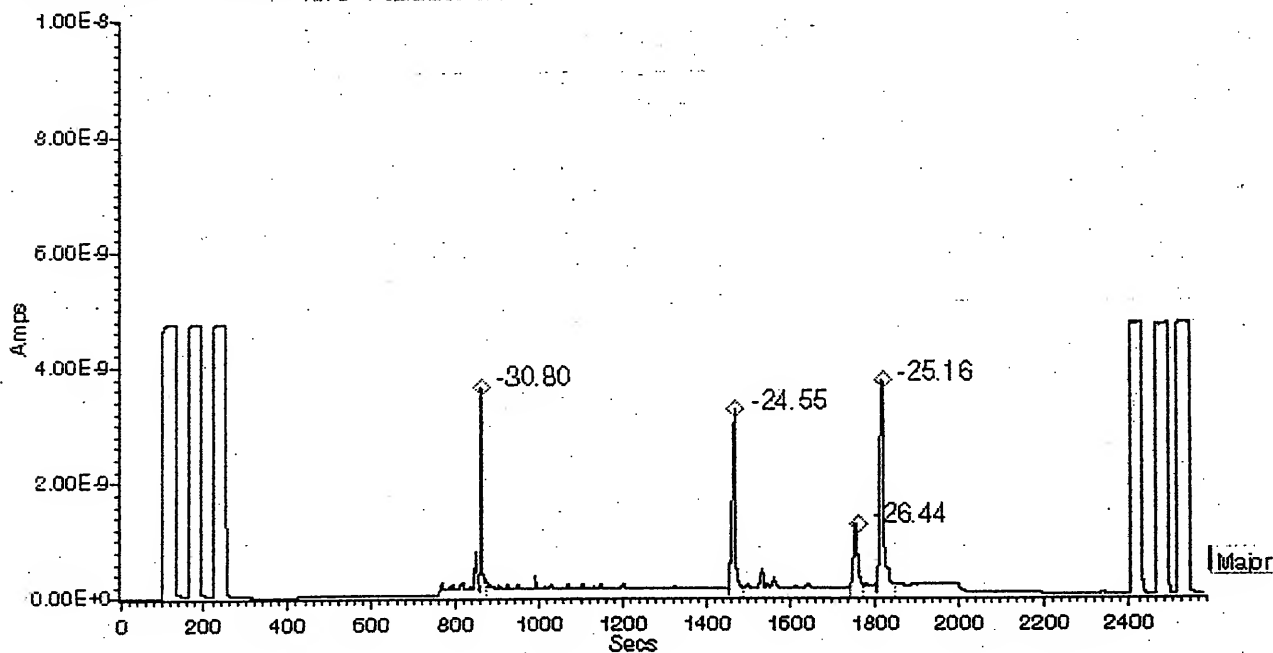
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

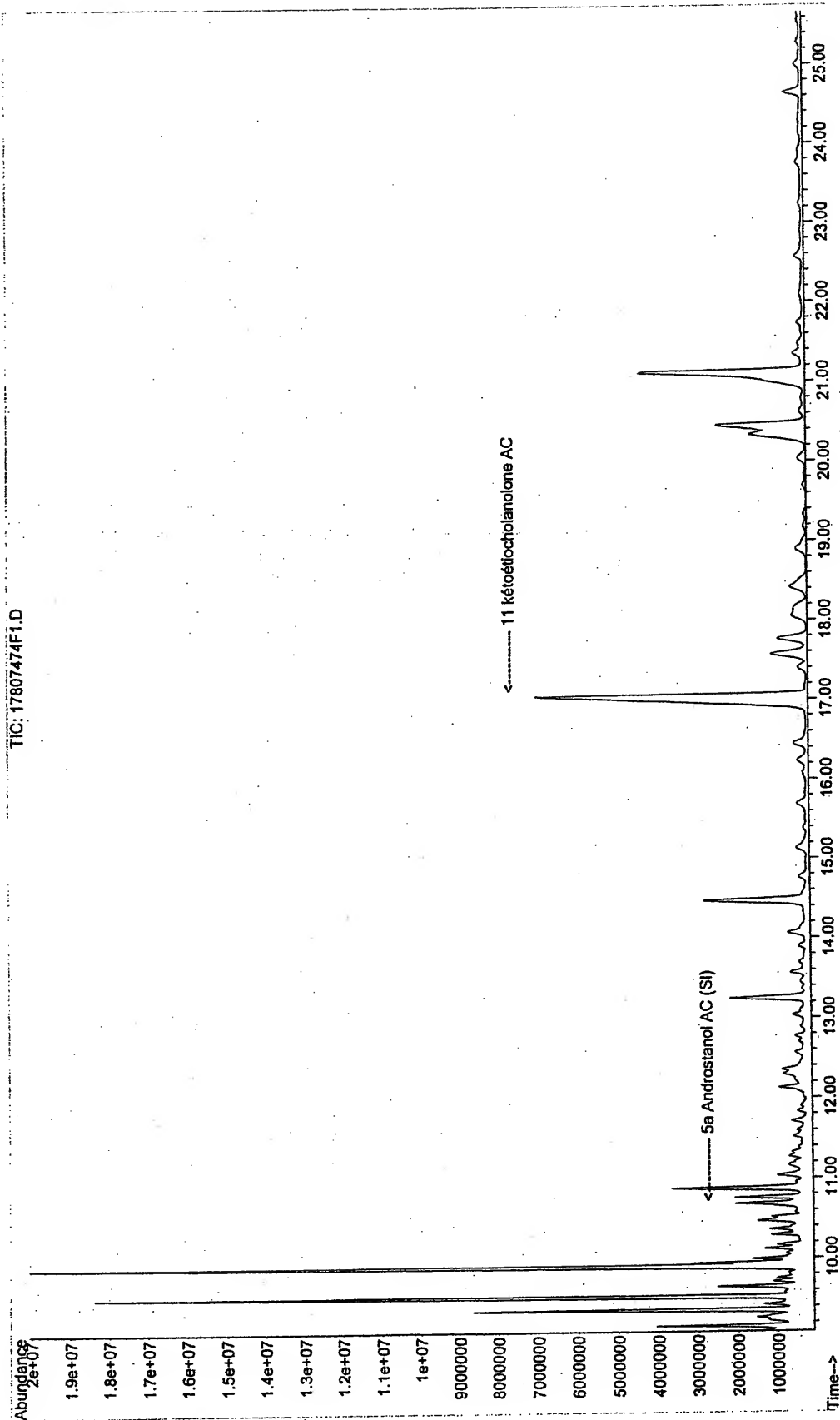
Data Filename : DATA_010 Folder : 230706
Date : 23/07/06 Time : 13:11:34
Comment : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul:
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Juill06\2307\17807474F1.D
 Operator : 49
 Acquired : 23 Jul 2006 12:42 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: 178/07 995474 F1
 Misc Info : 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL
 Vial Number: 5



Data Processing Results

Data File Name : DATA_011
 Folder : 230706
 Sample Name : 178/07.995474 F1/50ul inj 1ul
 Sample ID :
 Sample Position : 6
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 Runtime User : micromass
 Acquisition Time : 13:56:22 Date : 23/07/06
 Current Time : 12:23:08 Date : 24/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.557E-8	1.1780E-2	4.2530E-3
182.6	8.541E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
242.7	8.559E-8	1.1779E-2	4.2528E-3
2423.5	8.570E-8	1.1780E-2	4.2528E-3
2483.5	8.477E-8	1.1779E-2	4.2526E-3
2533.5	8.552E-8	1.1779E-2	4.2525E-3

Std Dev Of Fit 4.6711E-7 1.1648E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	778.0	1.02E-8	5.1128E-8	1.1786E-2	4.1817E-3	-33.40	-55.27	-35.72	5
	867.0	4.02E-9	2.3358E-8	1.1807E-2	4.1997E-3	-31.64	-54.92	-31.57	6
	881.6	2.01E-9	1.9104E-8	1.1783E-2	4.2233E-3	-33.95	-54.82	-26.11	6
	1236.3	1.47E-9	1.4752E-8	1.1868E-2	4.2016E-3	-26.35	-53.09	-31.14	9
	1478.2	4.55E-9	5.1339E-8	1.1890E-2	4.1691E-3	-24.10	-51.64	-38.62	10
	1764.6	1.56E-9	1.7786E-8	1.1872E-2	4.1715E-3	-25.78	-49.65	-38.06	10
	1824.1	2.65E-9	2.5363E-8	1.1878E-2	4.1684E-3	-25.15	-49.23	-38.77	10

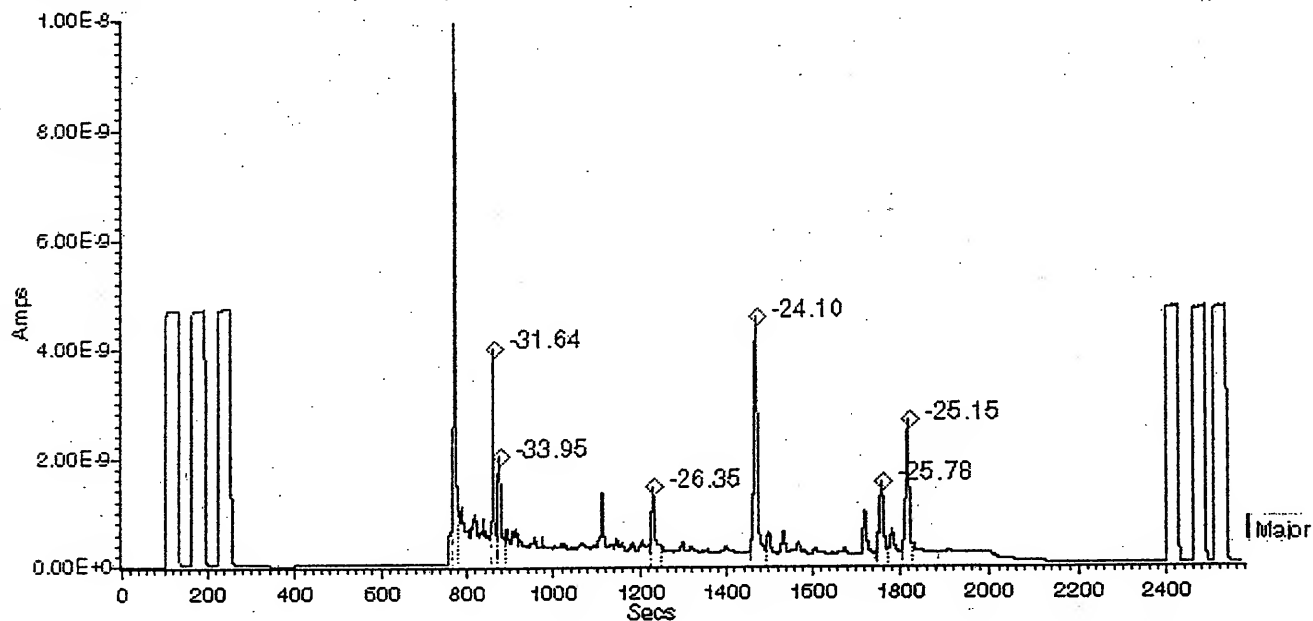
UP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

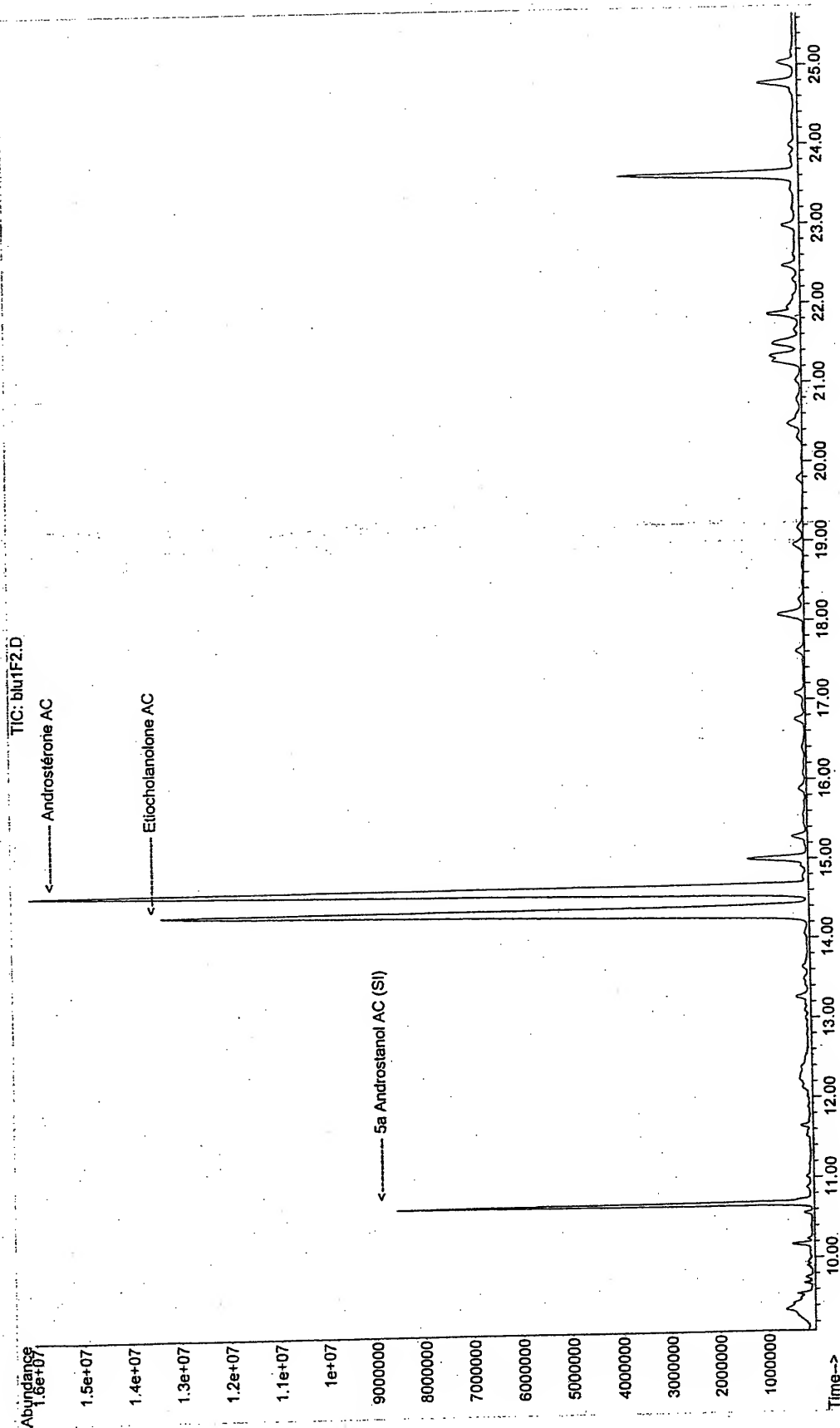
Data Filename: DATA_011 Folder : 230706
Date : 23/07/06 Time : 13:56:22
Comment : 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul:
Parameters Automatic DP Params

√ Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Juil06\2307\blulF2.D
 Operator : 49
 Acquired : 23 Jul 2006 13:15 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: Blu 1 F2
 Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400uL
 Vial Number: 6



Data Processing Results

Data File Name : DATA 012
 Folder : 230706
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul
 Sample ID :
 Sample Position : 7
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 14:41:06 Date : 23/07/06
 Current Time : 16:02:44 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.634E-8	1.1779E-2	4.2525E-3
182.6	8.646E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
242.6	8.648E-8	1.1779E-2	4.2529E-3
2423.4	8.572E-8	1.1779E-2	4.2526E-3
2483.4	8.565E-8	1.1778E-2	4.2526E-3
2533.5	8.561E-8	1.1779E-2	4.2529E-3

Std Dev Of Fit 2.0409E-7 1.7605E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	868.0	2.74E-9	1.4334E-8	1.1823E-2	4.1667E-3	-29.94	-65.47	-39.17	21
	1231.7	4.52E-9	3.4691E-8	1.1876E-2	4.1668E-3	-25.34	-63.44	-39.15	21
	1257.2	5.33E-9	4.1709E-8	1.1880E-2	4.1670E-3	-24.98	-63.15	-39.11	21

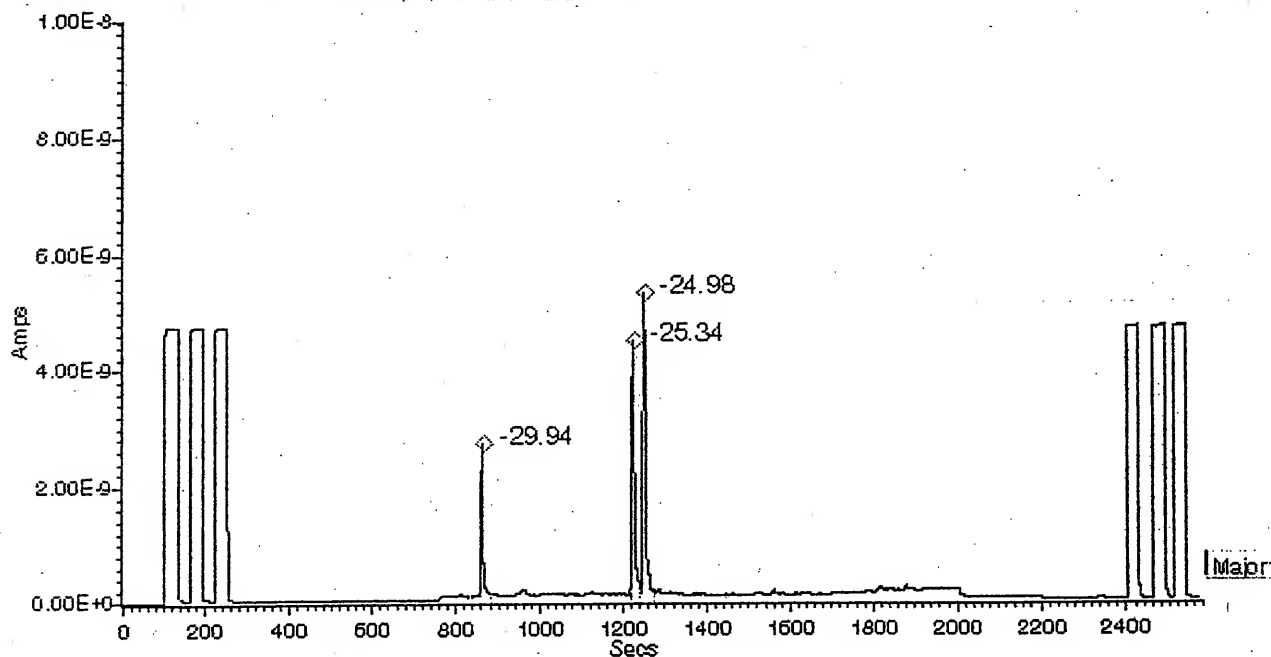
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

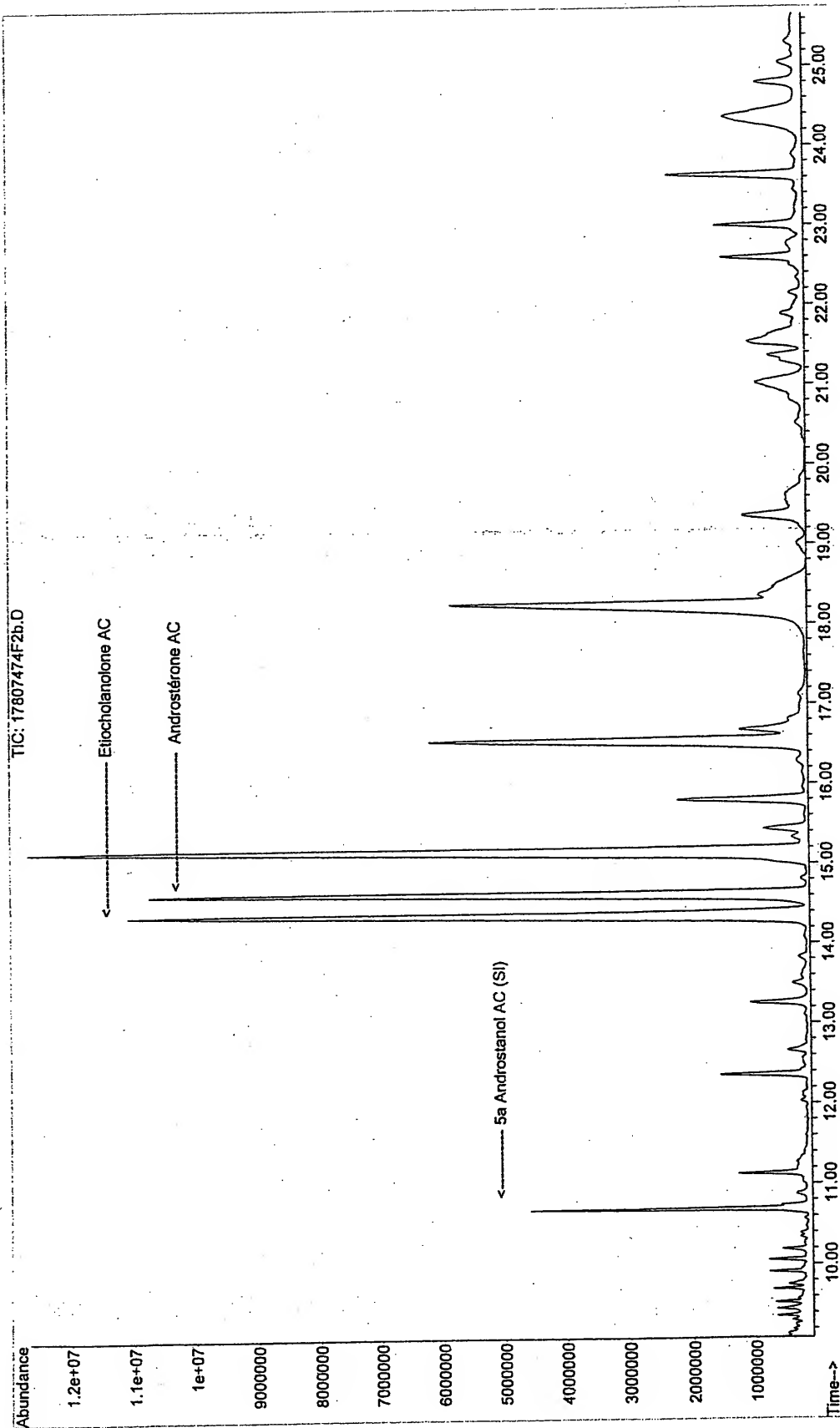
Data Filename: DATA_012 Folder : 230706
Date : 23/07/06 Time : 14:41:06
Comment : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul:
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Ms22\Juil06\2307\17807474F2b.D
 Operator : 49
 Acquired : 23 Jul 2006 14:33 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: 178/07 995474 F2
 Misc Info : 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µl
 Vial Number: 7



Data Processing Results

Data File Name : DATA_013
 Folder : 230706
 Sample Name : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul
 Sample ID :
 Sample Position : 8
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 15:25:49 Date : 23/07/06
 Current Time : 16:10:31 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.603E-8	1.1780E-2	4.2535E-3
182.6	8.588E-8	1.1779E-2	4.2537E-3
242.6	8.578E-8	1.1779E-2	4.2536E-3
2423.5	8.471E-8	1.1779E-2	4.2525E-3
2483.5	8.452E-8	1.1778E-2	4.2521E-3
2533.5	8.511E-8	1.1777E-2	4.2522E-3

Std Dev Of Fit 4.5694E-7 1.4227E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
866.0	2.17E-9	9.6593E-9	1.1822E-2	4.1703E-3	-30.07	-63.69	-38.44	18
1229.7	3.95E-9	3.1256E-8	1.1863E-2	4.1661E-3	-26.43	-60.89	-39.38	18
1254.3	3.39E-9	2.5932E-8	1.1849E-2	4.1704E-3	-27.71	-60.19	-38.39	18
1288.3	3.55E-9	2.9815E-8	1.1797E-2	4.1768E-3	-32.28	-59.25	-36.88	17

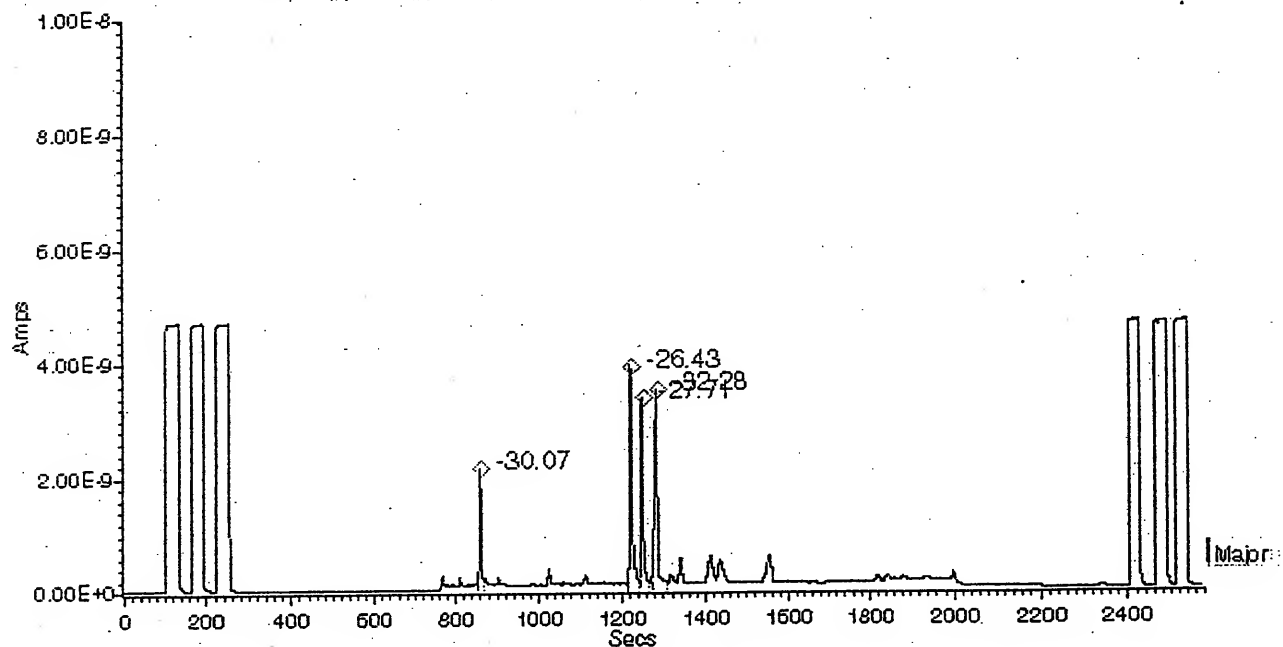
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

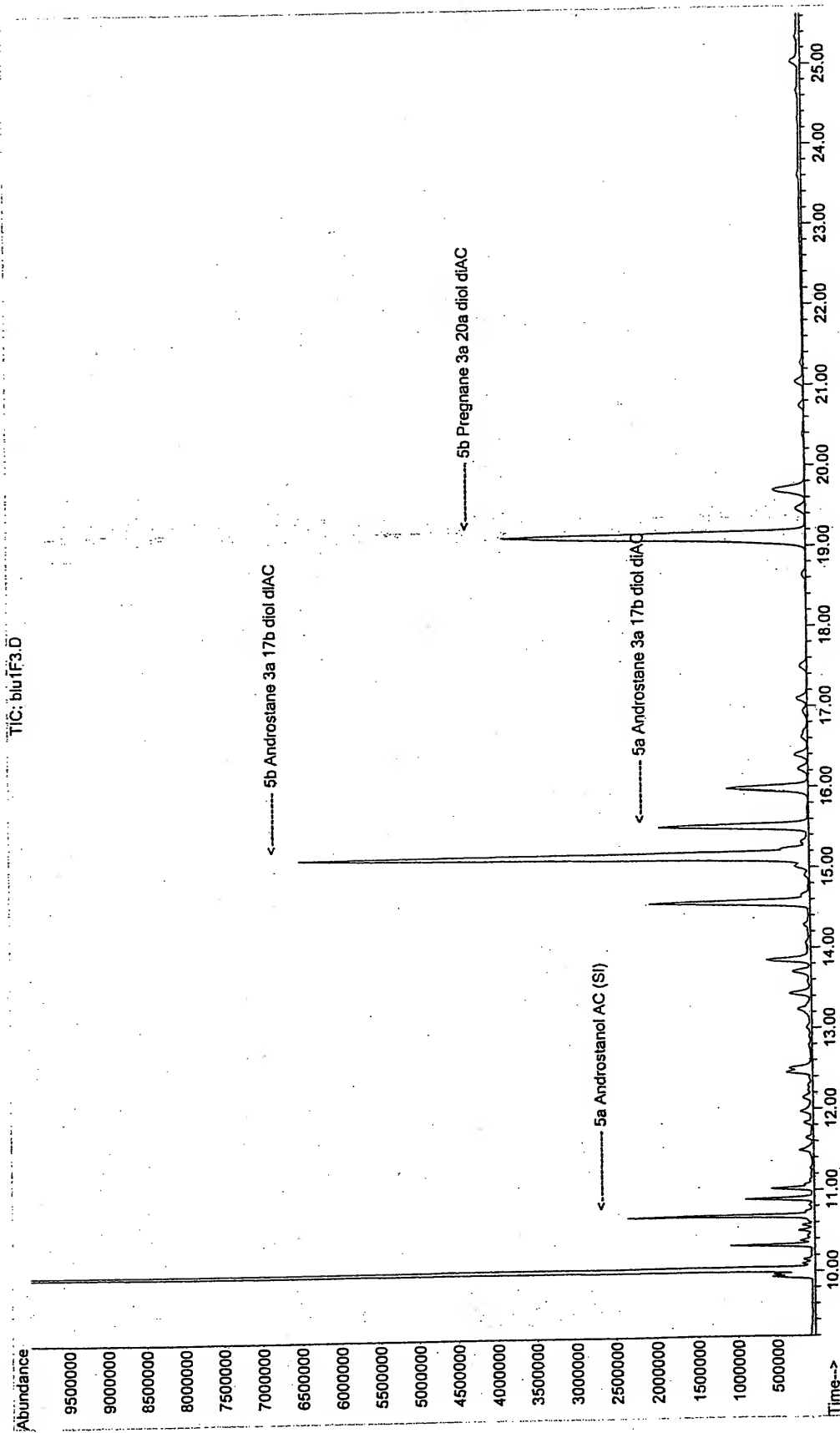
Data Filename: DATA_013 Folder : 230706
 Date : 23/07/06 Time : 15:25:49
 Comment : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul
 Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msdd22\Juill06\2307\blu1f3.D
Operator : 49
Acquired : 23 Jul 2006 11:00 using AcqMethod MAN_52.M
Instrument : MSD22
Sample Name: Blu 1 F3
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL
Vial Number: 2



Data Processing Results

Data File Name : DATA_008
 Folder : 230706
 Sample Name : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul
 Sample ID :
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:40:11 Date : 23/07/06
 Current Time : 12:28:05 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.660E-8	1.1780E-2	4.2525E-3
182.6	8.668E-8	1.1781E-2	4.2527E-3
242.6	8.673E-8	1.1781E-2	4.2531E-3
2423.5	8.560E-8	1.1783E-2	4.2534E-3
2483.5	8.558E-8	1.1782E-2	4.2529E-3
2533.5	8.621E-8	1.1782E-2	4.2533E-3

Std Dev Of Fit 5.9183E-7 2.6505E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	798.5	2.00E-8	1.2123E-7	1.1616E-2	4.4640E-3	-50.60	-61.70	29.47	9
	867.4	6.17E-9	3.4892E-8	1.1822E-2	4.2211E-3	-30.66	-62.20	-26.65	11
	1244.7	2.49E-9	2.1148E-8	1.1848E-2	4.1951E-3	-28.25	-63.83	-32.67	18
	1306.2	7.10E-9	6.5412E-8	1.1854E-2	4.1696E-3	-27.54	-63.93	-38.55	19
	1336.6	2.32E-9	1.8245E-8	1.1845E-2	4.1806E-3	-28.40	-63.99	-36.03	19
	1375.6	1.42E-9	1.2239E-8	1.1852E-2	4.1854E-3	-27.78	-64.02	-34.91	19
	1651.5	3.59E-9	3.9165E-8	1.1864E-2	4.1692E-3	-26.65	-63.59	-38.67	20

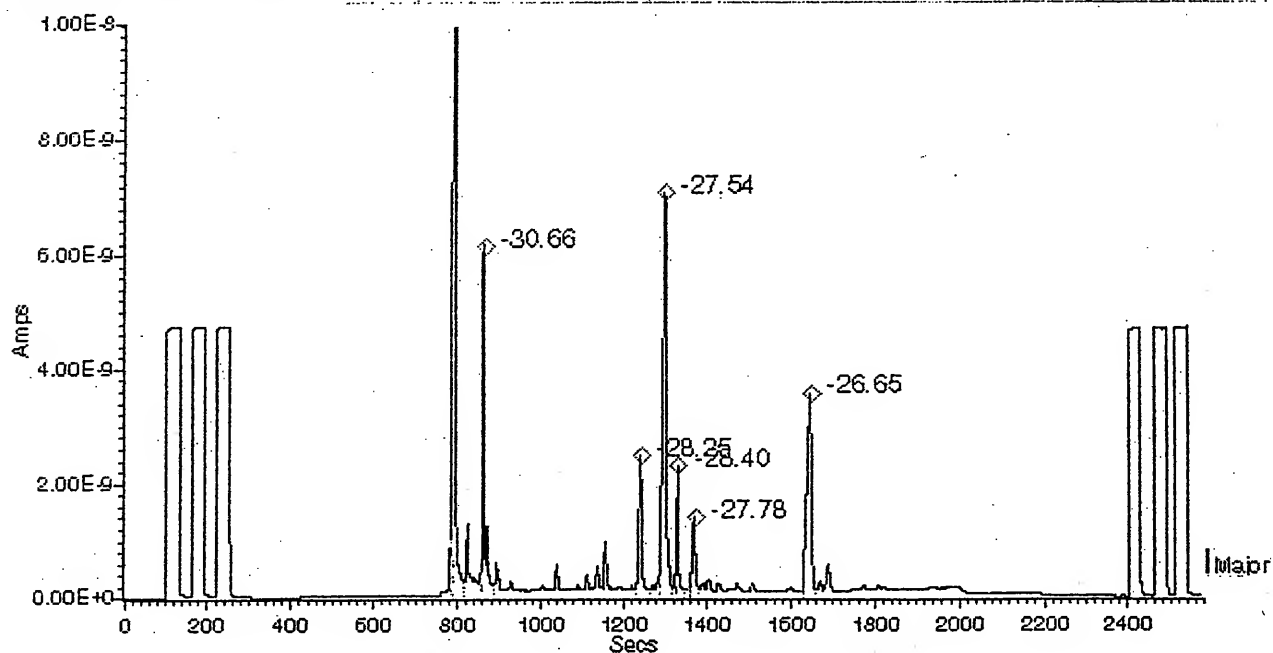
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_008 Folder : 230706
Date : 23/07/06 Time : 11:40:11
Comment : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul:
Parameters Automatic DP Params

▾ Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



File : D:\Msd22\Juill06\2307\17807474F3.D

Operator : 49

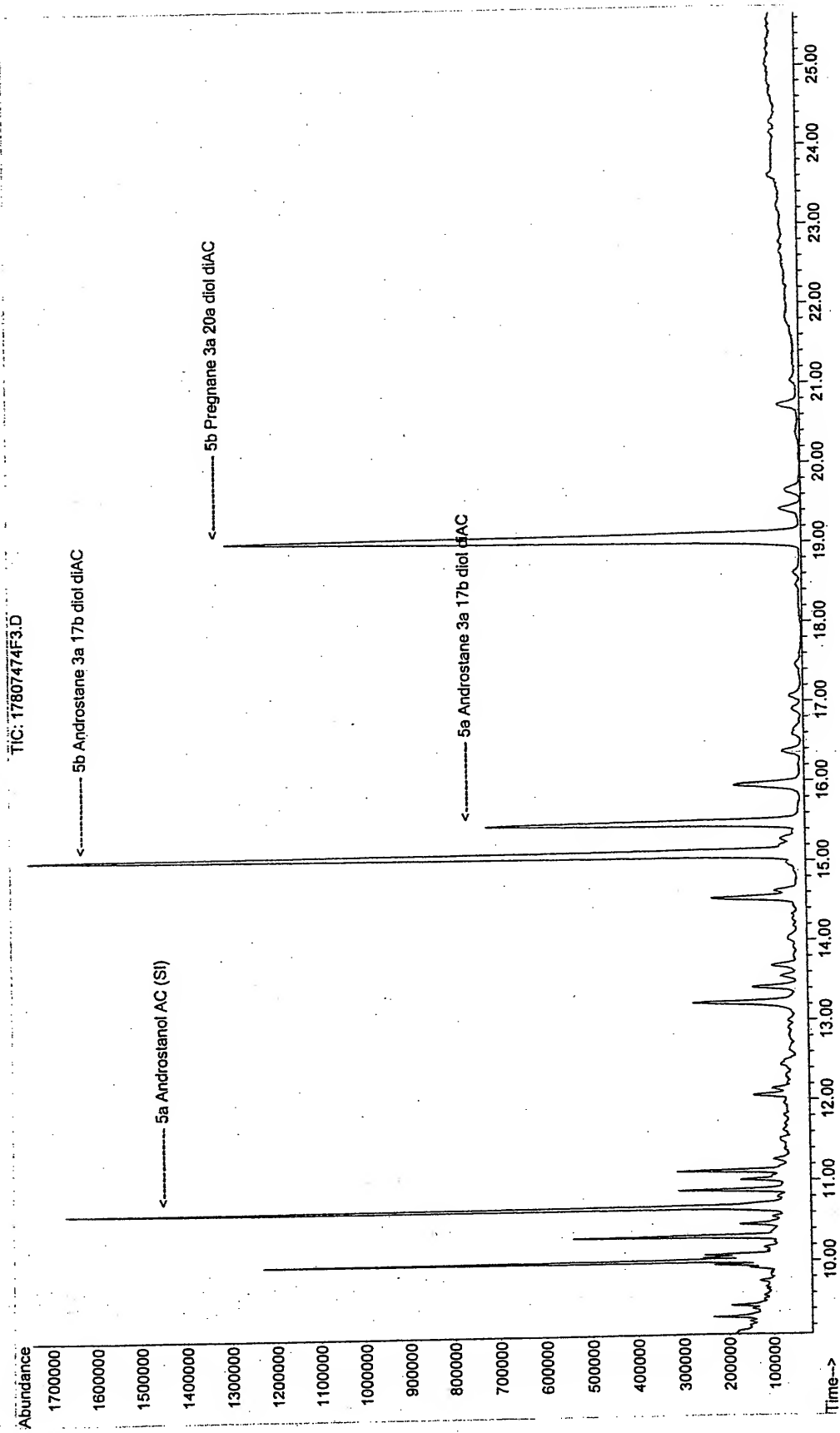
Acquired : 23 Jul 2006 11:33 using AcqMethod MAN_52.M

Instrument : MSD22

Sample Name: 178/07 995474 F3

Misc Info : 178/07 995474 Fraction 3 dans 400uL

Vial Number: 3



Data Processing Results

Data File Name : DATA_009
Folder : 230706
Sample Name : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul
Sample ID :
Sample Position : 4
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-41
Batch Name :
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 12:24:59 Date : 23/07/06
Current Time : 16:08:12 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.494E-8	1.1782E-2	4.2529E-3
182.6	8.494E-8	1.1782E-2	4.2530E-3
242.6	8.494E-8	1.1781E-2	4.2527E-3
2423.5	8.443E-8	1.1780E-2	4.2518E-3
2483.5	8.453E-8	1.1779E-2	4.2517E-3
2533.5	8.566E-8	1.1779E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 5.6232E-7 1.7469E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	795.1	5.07E-9	2.5669E-8	1.1880E-2	4.2100E-3	-25.45	-55.46	-29.16	5
	827.1	2.21E-9	1.0385E-8	1.1883E-2	4.2270E-3	-25.34	-55.50	-25.22	6
	867.4	6.75E-9	3.0380E-8	1.1826E-2	4.1857E-3	-30.05	-55.38	-34.74	7
	1304.7	5.53E-9	4.6362E-8	1.1838E-2	4.1673E-3	-28.82	-53.62	-38.95	11
	1337.2	2.59E-9	2.1591E-8	1.1800E-2	4.1700E-3	-32.12	-53.42	-38.31	12
	1652.0	3.25E-9	3.7635E-8	1.1862E-2	4.1682E-3	-26.61	-51.12	-38.72	12

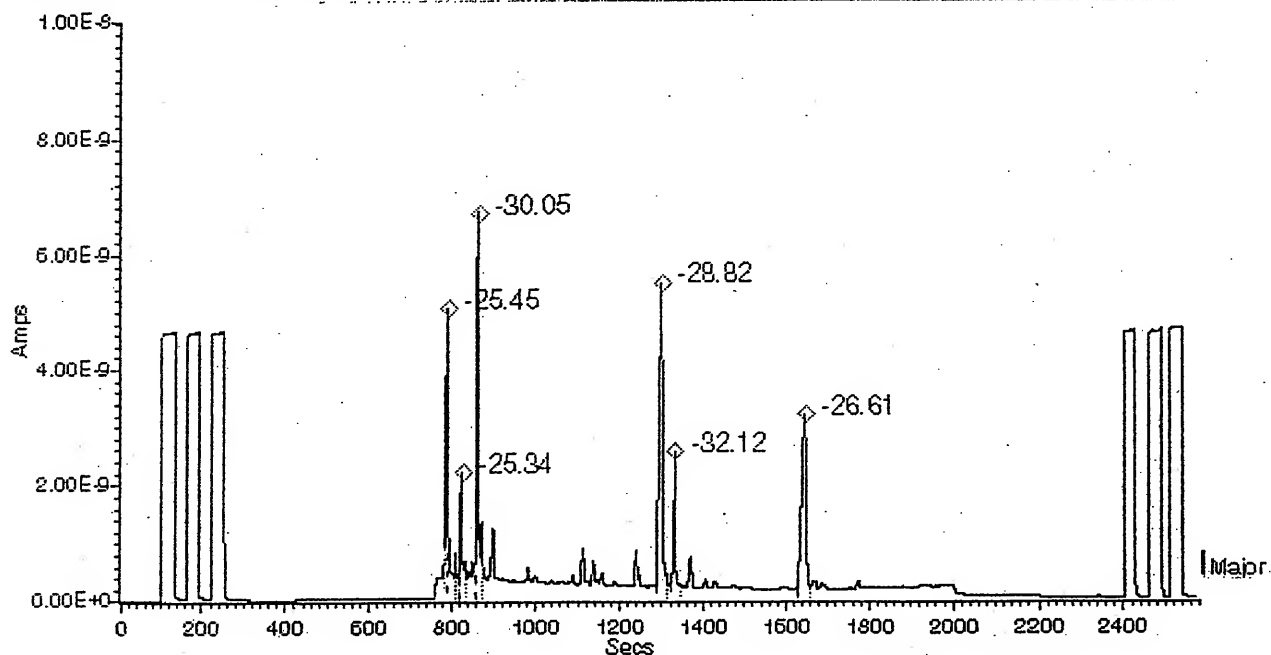
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_009 Folder : 230706
Date : 23/07/06 Time : 12:24:59
Comment : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul:
Parameters Automatic DP Params

≡ Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: B-CC-10 Version: C Date: 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon: 118101 995114

Numéro d'identification de l'appareil: 15061111

Instruction de confirmation: I CONF 3

1. Tune

Spécification: plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme: oui ☒ non ☐

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme: oui ☒ non ☐

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 003

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	31.81	31.81	31.81	31.81
Ecart-type	0.12	0.19	0.15	0.13

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme: oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-CC-10 Version: C Date: 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/CIRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:003.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Data 007	-30,59	-20,01	-33,70	-16,69
Data 14	-30,56	-20,12	-33,90	-16,76

Intervalle de valeurs acceptables:

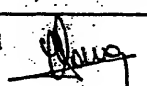

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
24/07/06	49 	24/07/06	19 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

Optima GC 1.67-2

Inter Mass Spec Scan Tests Analysis User Program Config Help

Current Mass: 45.00 Date: 23/07/06 Time: 09:26:57

Mass 44 = 4.6584E-9 A
Mass 45 = 5.4856E-11 A
Mass 46 = 1.9935E-11 A

FID = 0.09410 V

Source status = 0

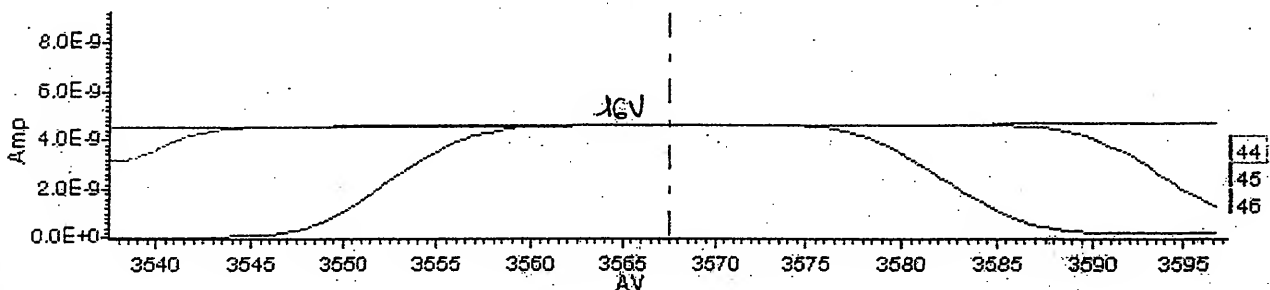
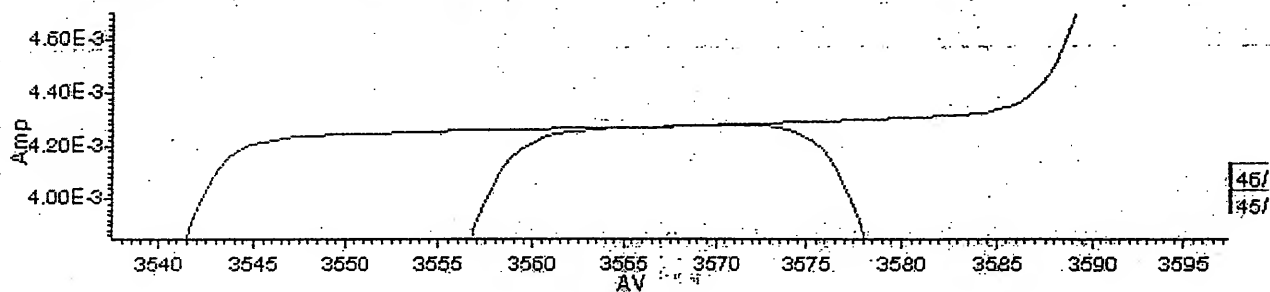
Penning = 5.2E-6 mBar

Blast = 1.4E-2 mBar

Turbo speed = 1.0E-2 mBar

Scan Display Window

Graph Cursor Lines Window Scan



Data Processing Results

Data File Name : DATA 003
 Folder : 230706
 Sample Name : stabilite 3
 Sample ID :
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : CO2-STAB
 Batch Name : 230706
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 09:50:48 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:01:52 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.459E-8	1.1780E-2	4.2498E-3
102.5	8.466E-8	1.1780E-2	4.2496E-3
162.5	8.456E-8	1.1780E-2	4.2494E-3
222.6	8.442E-8	1.1780E-2	4.2494E-3
282.6	8.499E-8	1.1779E-2	4.2495E-3
342.6	8.562E-8	1.1779E-2	4.2498E-3
402.6	8.627E-8	1.1779E-2	4.2500E-3
462.7	8.632E-8	1.1780E-2	4.2503E-3
522.7	8.640E-8	1.1780E-2	4.2506E-3
582.7	8.618E-8	1.1780E-2	4.2511E-3

Std Dev Of Fit 5.2114E-7 3.2526E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
-----	------	--------	------	-----	-----	--------	--------

Data Processing Results

Data File Name : DATA 004
 Folder : 230706
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-1
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 230706
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:01:53 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:17:37 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.584E-8	1.1782E-2	4.2517E-3
102.5	8.610E-8	1.1781E-2	4.2518E-3
742.8	8.466E-8	1.1781E-2	4.2505E-3
802.8	8.551E-8	1.1780E-2	4.2508E-3

Std Dev Of Fit 1.4024E-7 2.0412E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	190.1	5.97E-9	1.5080E-8	1.1797E-2	4.1720E-3	-32.52	-37.68
	255.7	4.55E-9	1.5439E-8	1.1844E-2	4.1833E-3	-28.45	-35.04
	347.0	4.99E-9	1.5465E-8	1.1803E-2	4.1717E-3	-31.96	-37.68
	533.3	4.58E-9	1.4792E-8	1.1806E-2	4.1565E-3	-31.51	-41.13

Data Processing Results

Data File Name : DATA 005
 Folder : 230706
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-2
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 230706
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:17:39 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:48:38 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.531E-8	1.1780E-2	4.2517E-3
102.6	8.503E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
742.8	8.519E-8	1.1781E-2	4.2515E-3
802.9	8.535E-8	1.1781E-2	4.2517E-3

Std Dev Of Fit 1.1951E-7 1.2352E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	190.1	4.41E-9	1.0634E-8	1.1793E-2	4.1708E-3	-32.74	-37.95
	256.0	3.29E-9	9.8960E-9	1.1845E-2	4.1762E-3	-28.28	-36.73
	346.7	3.56E-9	1.0850E-8	1.1801E-2	4.1747E-3	-32.13	-37.07
	532.7	2.94E-9	9.9025E-9	1.1804E-2	4.1652E-3	-31.76	-39.26

Data Processing Results

Data File Name : DATA_006
 Folder : 230706
 Sample Name : Mix cal IRMS 003-3
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 230706
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:33:24 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:49:07 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.547E-8	1.1781E-2	4.2518E-3
102.5	8.560E-8	1.1781E-2	4.2520E-3
742.8	8.464E-8	1.1781E-2	4.2511E-3
802.9	8.481E-8	1.1780E-2	4.2510E-3

Std Dev Of Fit 4.0299E-7 1.5020E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	190.1	5.78E-9	1.4231E-8	1.1796E-2	4.1698E-3	-32.56	-38.23
	255.2	4.35E-9	1.4943E-8	1.1842E-2	4.1838E-3	-28.65	-34.98
	346.5	4.74E-9	1.4336E-8	1.1803E-2	4.1712E-3	-31.95	-37.86
	533.2	4.26E-9	1.3575E-8	1.1806E-2	4.1602E-3	-31.59	-40.36

Data Processing Results

Data File Name : DATA_007
 Folder : 230706
 Sample Name : Mix cal Acetate 001A-100ng inj
 Sample ID :
 Sample Position : 2
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:53:36 Date : 23/07/06
 Current Time : 11:39:17 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.609E-8	1.1781E-2	4.2521E-3
182.6	8.616E-8	1.1781E-2	4.2522E-3
242.6	8.618E-8	1.1781E-2	4.2523E-3
2423.4	8.509E-8	1.1781E-2	4.2519E-3
2483.5	8.465E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
2533.4	8.528E-8	1.1780E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 1.7125E-7 1.7134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

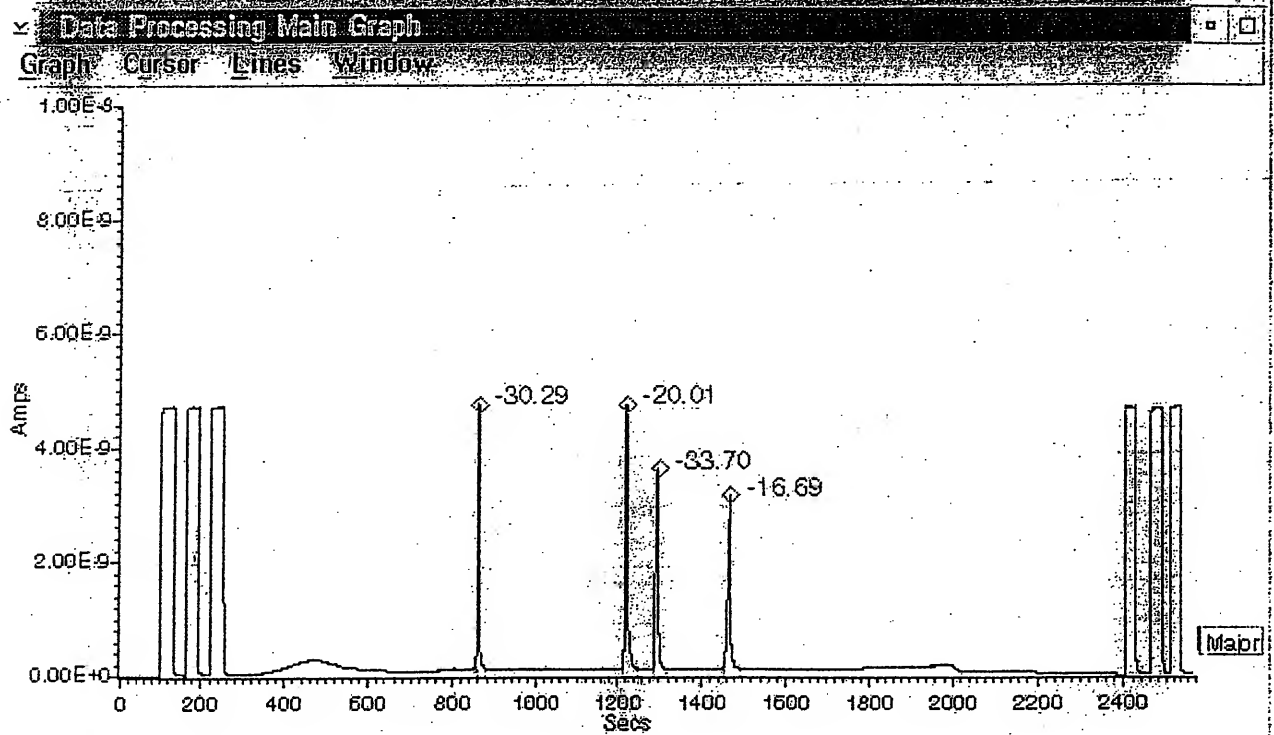
CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	866.6	4.79E-9	2.0679E-8	1.1821E-2	4.1654E-3	-30.29	-68.47	-39.32	24
	1229.8	4.79E-9	3.7785E-8	1.1938E-2	4.1666E-3	-20.01	-66.70	-39.05	24
	1302.2	3.63E-9	2.8202E-8	1.1782E-2	4.1663E-3	-33.70	-66.54	-39.08	24
	1473.8	3.17E-9	3.2254E-8	1.1976E-2	4.1665E-3	-16.69	-66.30	-39.06	24

DP: Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename: DATA_007 Folder: 230706
Date: 230706 Time: 10:59:36
Comment: Mix cal Acetate:001A-100ng.in

Parameters Automatic DP Params



Data Processing Results

Data File Name : DATA_014
 Folder : 230706
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-2
 Sample ID :
 Sample Position : 2
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name : 230706
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 20:39:04 Date : 23/07/06
 Current Time : 14:24:44 Date : 24/07/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.663E-8	1.1777E-2	4.2533E-3
182.6	8.686E-8	1.1778E-2	4.2533E-3
242.6	8.696E-8	1.1777E-2	4.2538E-3
2423.5	8.634E-8	1.1776E-2	4.2523E-3
2483.5	8.613E-8	1.1776E-2	4.2525E-3
2533.4	8.650E-8	1.1776E-2	4.2530E-3

Std Dev Of Fit 2.3526E-7 3.3647E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	866.6	4.03E-9	1.7744E-8	1.1814E-2	4.1663E-3	-30.56	-69.16	-39.38	24
	1228.5	4.07E-9	2.9964E-8	1.1932E-2	4.1684E-3	-20.22	-65.52	-38.89	24
	1301.0	3.09E-9	2.3587E-8	1.1776E-2	4.1712E-3	-33.90	-65.65	-38.19	24
	1471.6	2.60E-9	2.6828E-8	1.1972E-2	4.1715E-3	-16.76	-67.09	-38.15	24

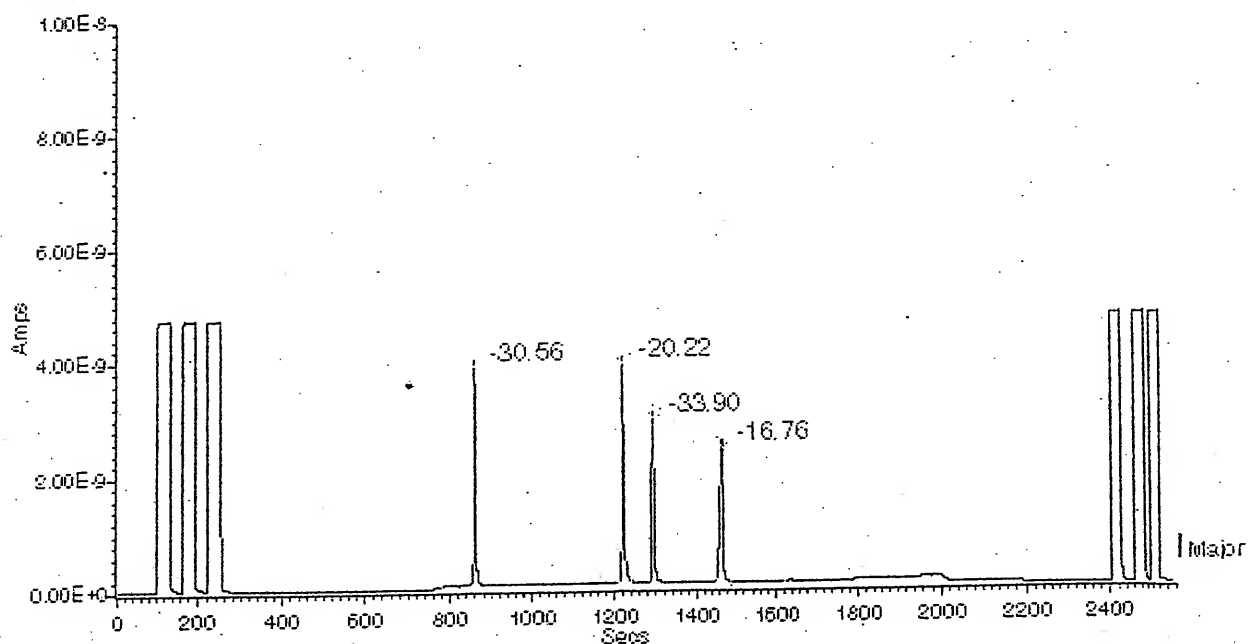
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_014 Folder : 230706
 Date : 23/07/06 Time : 20:39:04
 Comment : Mix Cal Acetate 001A-2: 230706
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : 178/07 995474 Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 1
 Répertoire: 230706 CO et paraphe: 49 

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	Data_010	Data_010	Data_011	Data_011
tr (s)	867	1474	867	1478
trr	-	1.700	-	1.705
Intensité (nA)	3.7	3.3	4.0	4.6
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ mesurée}$	-30.80	-24.55	-31.64	-24.10
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ corrigée}$	-	-21.56	-	-21.06

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	Data_012	Data_012	Data_012	Data_013	Data_013	Data_013
tr (s)	868	1232	1257	866	1230	1254
trr	-	1.419	1.448	-	1.420	1.448
Intensité (nA)	2.7	4.5	5.3	2.2	4.0	3.4
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ mesurée}$	-29.94	-25.34	-24.98	-30.07	-26.43	-27.71
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ corrigée}$	-	-22.43	-22.03	-	-23.63	-25.05

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	Data_008	Data_008	Data_008	Data_008
tr (s)	867	1306	1337	1652
trr	-	1.506	1.541	1.904
Intensité (nA)	6.2	7.1	2.3	3.6
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ mesurée}$	-30.66	-27.54	-28.40	-26.65
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ corrigée}$	-	-22.18	-23.22	-21.63

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	Data_009	Data_009	Data_009	Data_009
tr (s)	867	1305	1337	1652
trr	-	1.504	1.542	1.905
Intensité (nA)	6.8	5.5	2.6	3.3
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ mesurée}$	-30.05	-28.82	-32.12	-26.61
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰ corrigée}$	-	-23.73	-27.72	-21.58

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	✗	
Etio	-19.56	-26.10	✗	
Andro	-18.43	-25.02		✗
5 β Adiol	-18.55	-26.97	✗	
5 α Adiol	-18.59	-27.40		✗
5 β Pdiol	-18.25	-25.55	✗	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0.87	-1.78	-2.58	-3.38
Andro - 11 Kétoétio	-0.48	-3.19	-3.99	-4.79
5 β Adiol - 5 β Pdiol	-0.55	-1.35	-2.15	-2.95
5 α Adiol - 5 β Pdiol	-1.59	-5.34	-6.14	-6.94

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$
 $\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99‰ et 6.14‰, respectivement pour les métabolites androstérone et 5 α androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable:
Observations:

CB

USADA 0186

Ecart(s) n° :
Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

175

SECTION 3
Certificate of analysis n°28423

USADA 0187

Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006

28423

RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1

Votre demande d'analyses conventionnelles

Prélèvement(s) du Dr BORDABERRY

Sport : Cyclisme (UCI)
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17^{ème} étape à Morzine
Date : 20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : 20/07/2006
Type de matériel : Berlinger
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 3 échantillons reçus)
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07_995474

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)

Date de début des analyses : 21/07/2006

Méthodes de dépistage utilisées : chromatographies gazeuse (ES02, ES02C*, ES04, ES05*) et liquide (ES03, ES03B*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B*).

Conclusions : (pH = 5.2 d = 1.025 +/- 0.002)

T/E estimé à 11.4 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL
(Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Épitéstostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL
(Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2

RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1 (SUITE)

Conclusions (Suite) :

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5 α -Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

Dépistage : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

Confirmation : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

NB : Autres essais (ES02, ES02C*, ES03, ES03B*, ES05*, ES06 et ES08B*) : Recherche de substances dopantes négative

J. de CEAURRIZ
Directeur

Destinataires :

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

Pour information :

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète – 33700 MERIGNAC)
- * Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

2 / 2

ANNEXES

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification E-Remisconf 0 Version B Date 15/01/2004 1/1
FICHE DE REMIS - Confirmation		

Date de la première préparation :	220706
Répertoire de la première analyse :	MSD 20 / juil 06 / 2207 / 1780474
Numéro de série :	178107
Numéro échantillon :	995674
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali - <u>Semi quanti</u> - Quanti - EPO (*)
Remis le :	230706

(*) Entourer la mention correspondante à la confirmation effectuée

Cause : SI Scabb dans Paliquote échantillon hydrolysé, lie à l'inhibiteur de dérivaison observé au screening.

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier d'analyse de la série.

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 1/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN		

ASSURANCE QUALITE
LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Méthylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Méthylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrines	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Étilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testostérone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/CIRMS
Ferbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28/28B	M-AN-43	Immunodétection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β-hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunofluorescence quantitative - Immunochromatographie qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

EVOLUTIONS

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranolol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Méthylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 1 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

SPECIMEN

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether <i>étapes en gris clair</i>	Hydrolyse <i>étapes en trait épais</i>	Extraction - évaporation - dérivation <i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50µL de SI

Matériel

Tube à vis (13*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

Réactifs et produits

CONFIDENTIEL

Diethylether (S06)

APPLICABLE le

01 DEC. 2005

Azote

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

17αMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

USADA 0195

182

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

SPECIMEN

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14
Vortex

Flacon compte gouttes
K₂CO₃ et CH₃COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C
(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser

Compte gouttes

betaglucuronidase à
+4°C (b-glu)

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON
selon I-EX-11 (application anabo)

Gilson
Cartouche SPE C18
Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dérivé en tube fermé
20 min à 60°C avec 50µL de réactif H

Bain à sec à 60°C
Seringue Hamilton 100µL

Réactif H₂ (cf M-P-03B)

Conditionner en vial plastique
préalablement identifiés selon I-TRAC-03A

Vial plastique

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Cerpolini</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	<i>De CEAURRIZ</i>

ÉVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un-synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX-11
		Version : A Date : 14/02/2005 1 / 2
EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO		

Documents cités : I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4
Méthode : Anabo
Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min
Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A : Méthanol

Voie B : Hexane

Voie C : Tert-butyl méthyl oxyde (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01.

Lancer l'extraction selon I-N-35.

4. Résumé de la méthode d'extraction

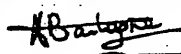
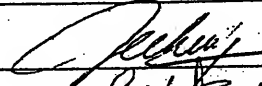
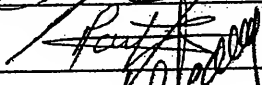
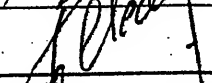
Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 2 / 2
EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LND	ENREGISTREMENT	Version : M Date : 13/09/2005
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC		

Echantillon :	178107 994 995474	Mode opératoire d'extraction :	M-Ex-04B
Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée
220706	pHmet n° : 7	22.2	5.22
220706	Refract n° 2		1.025
		Paraphe	
		E	

Date de mise à l'ambient de l'échantillon	220706	Heure de mise à l'ambient :	9h05
Prise d'essai PE :	2 mL	Heure de la PE :	10h50
		Paraphe : E	
Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)
Echantillon		1/1	
Blanc	1.022	1/1	
		Vol eau ajouté (en mL)	

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en ng/mL					
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI : Methyltestosterone	SI3-046	4mg/L	50						100					
Epitestosterone	H7-033	1ng/L	2	10	60				2.5	8				
	H7-032	1ng/L			60						30			
	H7-033	10ng/L				12						60		
Testosterone	H10-035	1ng/L	4	60					2	30				
	H10-036	10ng/L			36						180			
	H10-031	10ng/L				72						360		

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	220706	11h02	11h24		E
Evaporation	220706	11h40	12h05	Bain à sec n° : 2	E
Incubation				T (°C):	
Mise à pH	220706	12h10		Code tampon : T190706-07	E
Hydrolyse	220706	12h12	13h17	Dlu enzyme : 22102106 Etuve n° : 5	E
Extraction	220706	13h30	14h45	Dlu NH4OH : RT n° : Gilson n° : 1	E
Stockage				Lieu :	
Evaporation	220706	14h50	15h35	Bain à sec n° : 17	E
Dérivation	220706	15h40	16h00	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 02108107 Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	E
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0200

181

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- () Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- () Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)

Maximum temp: 325 'C

Initial time: 0.00 min

Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0 (Off)		

Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min

Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On)

Pressure: 175.0 kPa (On)

Split ratio: 12.1:1

Split flow: 11.7 mL/min

Total flow: 15.2 mL/min

Gas saver: Off

Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:1

USADA 0201

188

Model Number: Agilent 19091Z-002
HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
Max temperature: 350 'C
Nominal length: 25.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 175.0 kPa
Nominal initial flow: 1.0 mL/min
Average velocity: 41 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
Description: Interface
Initial temp: 280 'C (On)
Initial time: 0.00 min
Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time

Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : SIM

MS Information

Solvent Delay : 2.50 min

EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1
Group ID : 1
Resolution : Low
Plot 1 Ion : 301.3
Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
(209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50)
(341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)
(432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:3

USADA 0203

189

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification Testostérone / Epitestostérone
Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Méthyltestostérone (ISTD TR)
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	100.000	3723520
2	100.000	3989786
3	100.000	5093742

ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear


2) Epitestostérone ()
Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Lvl ID	Conc (ng/ml)	Response
1	5.000	149154
2	30.000	1136908
3	60.000	3173258

Curve Fit: Linear, forced through origin

Sequence Name: VMSBCHM1A
 Comment: A
 Operation: 18
 Data Path: D:\Msd20\Jun106\2207\A
 Pre-Seg End:
 Post-Seg End:
 Method Sections to Run: On A: Pacon 115 v. 6.1
 (X) Full Method
 () Reprocessing Only

Line	Type	Vial	Label	Method	Sample Name
1	Sample	1	R0	MAN14	10
2	Sample	2	R1	MAN14	10
3	Sample	1	R4	MAN14	10
4	Sample	3	R101E	MAN14	10
5	Sample	4	17707480	MAN14	10
6	Sample	1	R3	MAN14	10
7	Sample	5	R101E	MAN14	10
8	Sample	2	R11E	MAN14	10
9	Sample	6	R12E	MAN14	25
10	Sample	7	R13	MAN27	
11	Sample	8	R14E	MAN27	
12	Sample	7	R5	MAN27	
13	Sample	Y 9	BLUTE	MAN27	
14	Sample	X 10	17807474	MAN27	17807-995474 te
15	Sample	X 11	1780747B	MAN27	17807-995474 te SSH
16	Sample	7	R6	MAN27	
17	Sample	X 12	BLUTE	MAN27	
18	Sample	X 13	R11E	MAN27	blu e30 e5
19	Sample	X 14	R12E	MAN27	blu e180 e30
20	Sample	X 15	R13E	MAN27	blu e360 e60
21	Sample	16	COLTE	MAN27	cd te 001
22					

Séquence vérifiée par : 
 Remarques :

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
DEMO.L 0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes
Printer: No
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 12:55:02 2006

Page:1

USADA 0206

191

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone

(ISTD TR)

Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	4680010
2	100.000	4212735
3	100.000	5428625

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone

()

Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	181309
2	30.000	1100720
3	60.000	3350917

Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear, forced through origin

3) testosterone

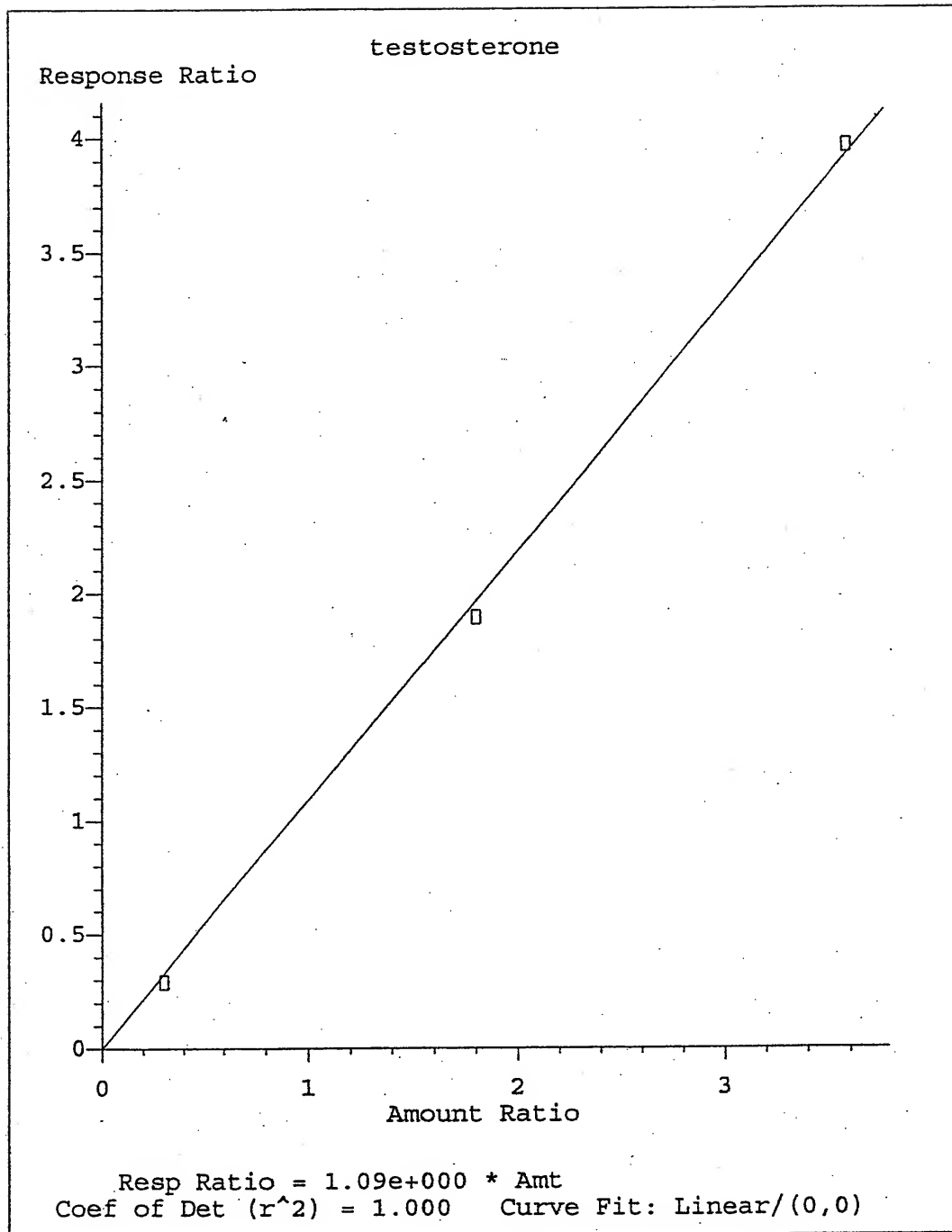
()

Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.

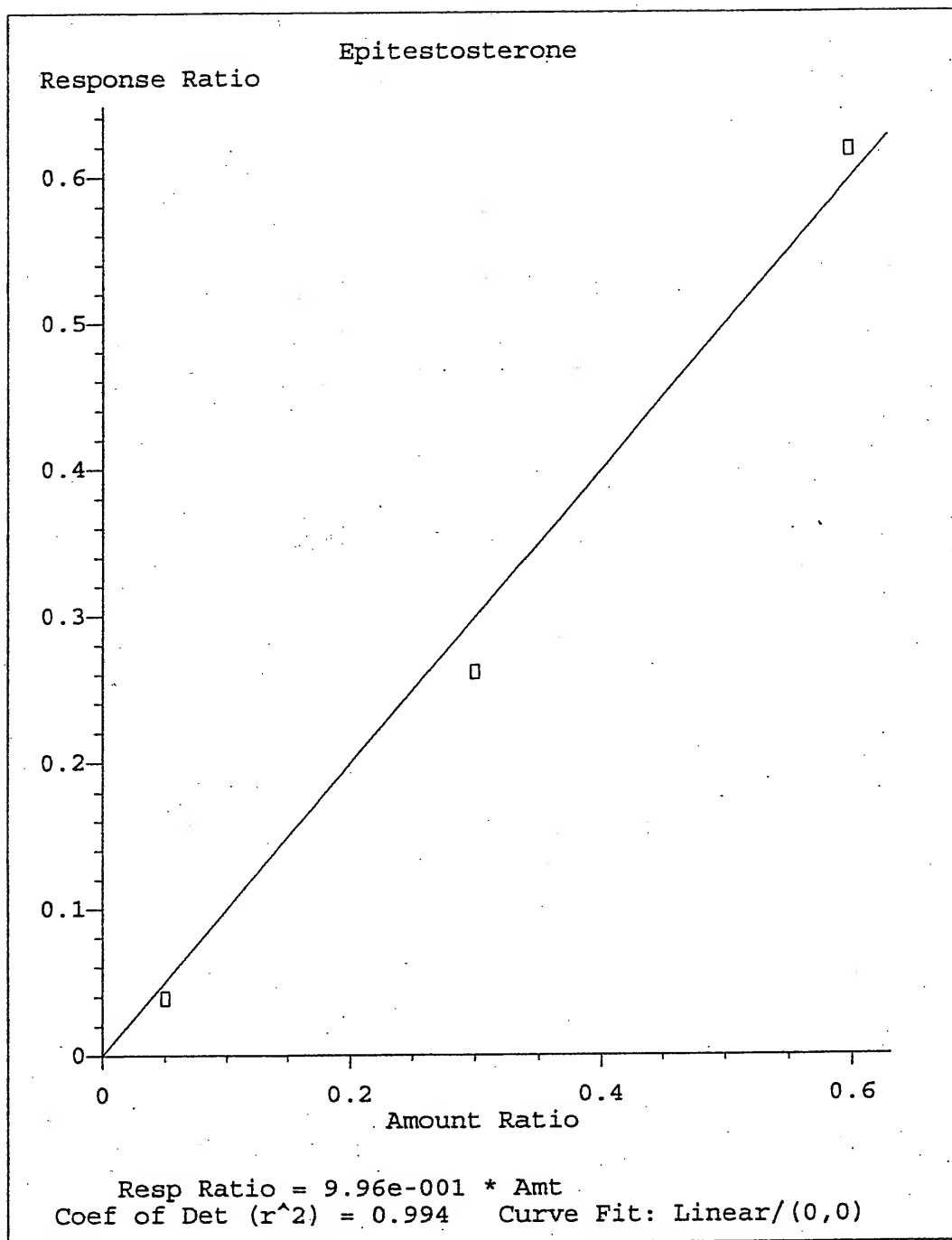
Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	30.000	1359912
2	180.000	7964015
3	360.000	21495301

Qualifier Peak Analysis ON



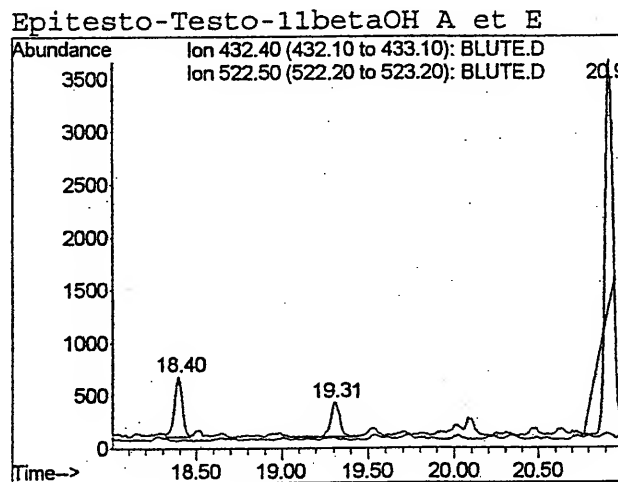
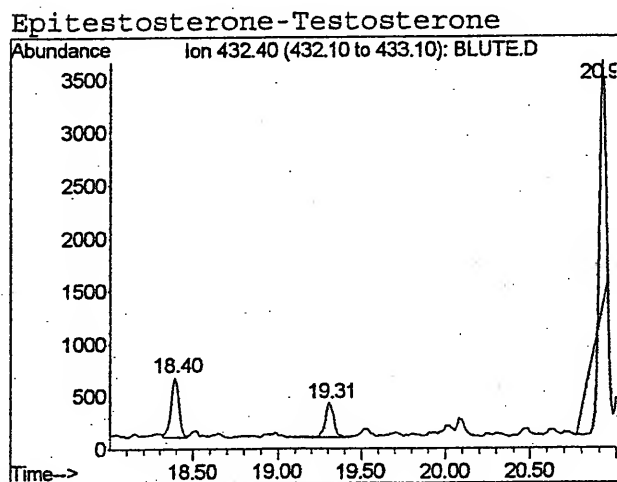
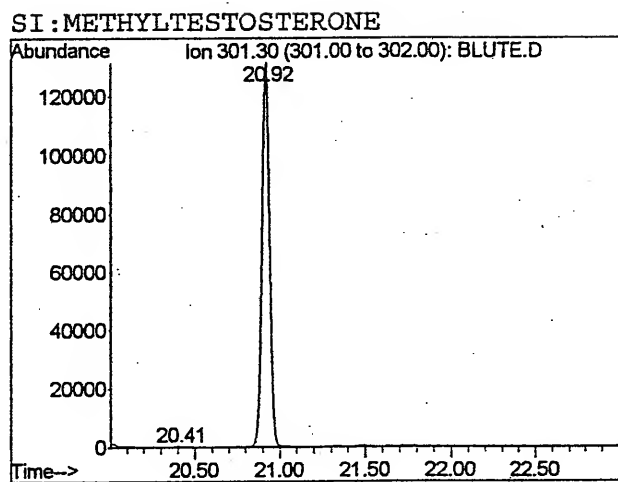
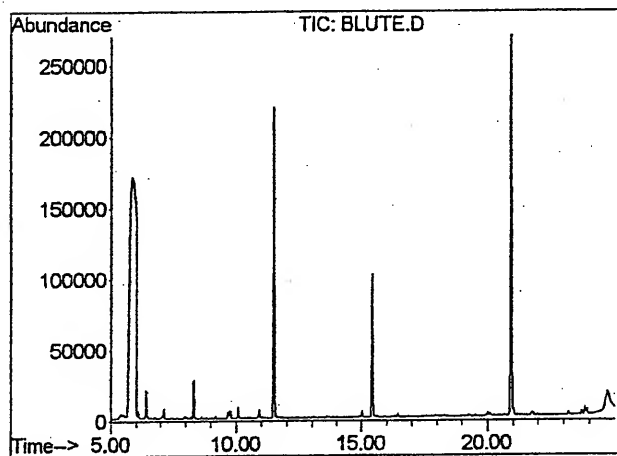
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

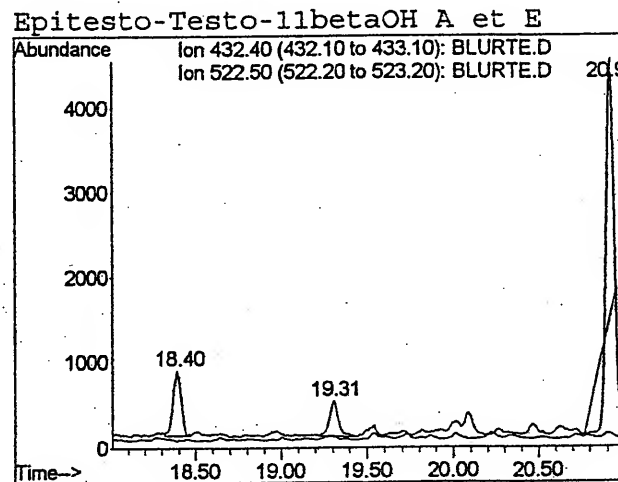
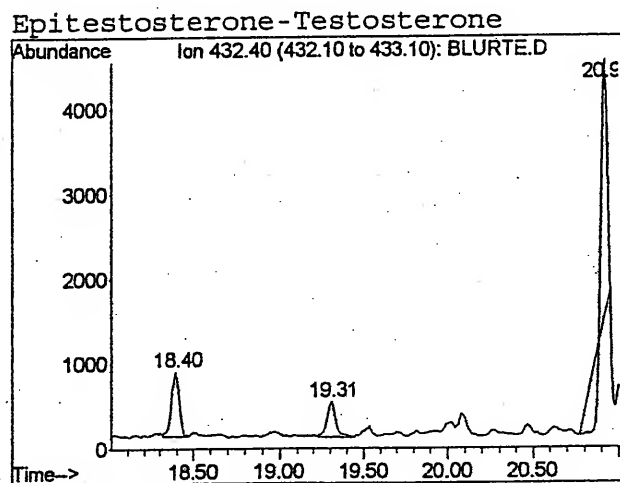
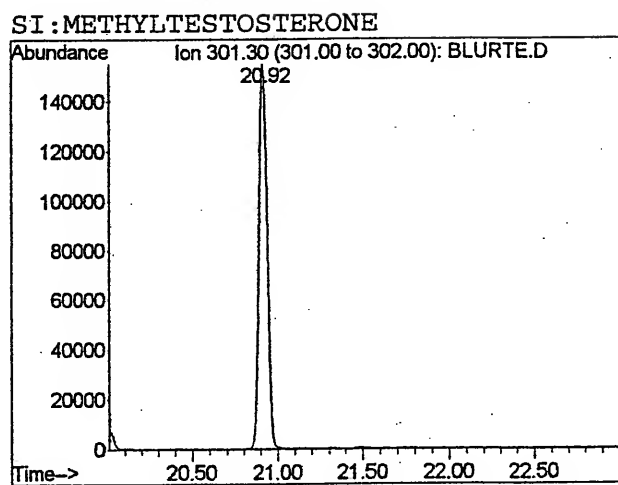
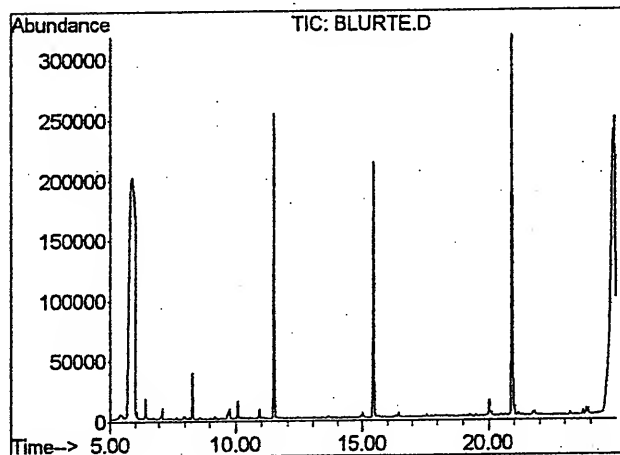
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu te
Misc Info:
Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Msd20\jul106\2207\BLURTE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blute
Misc Info:
Vial Number : 12

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20WJUL06\2207\
Data File Name 17807474.D
Operator 18
Date Acquired 7/22/2006 18:02
Acq. Method File MAN27
Sample Name 178/07.995474 te
Vial Number 10
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

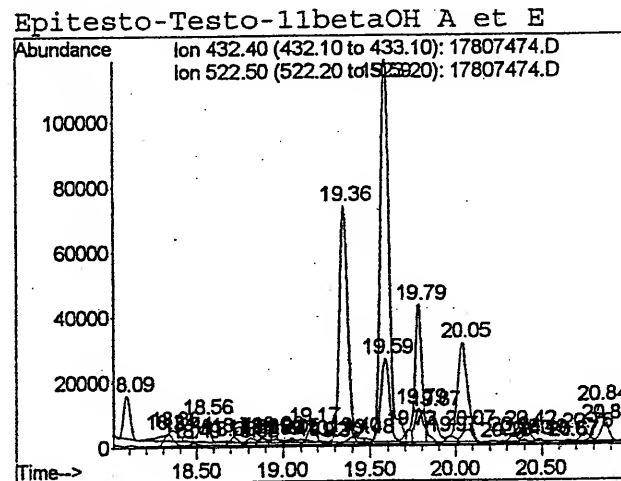
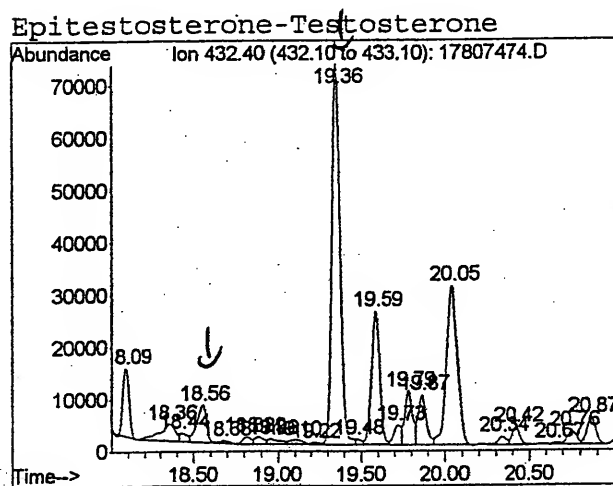
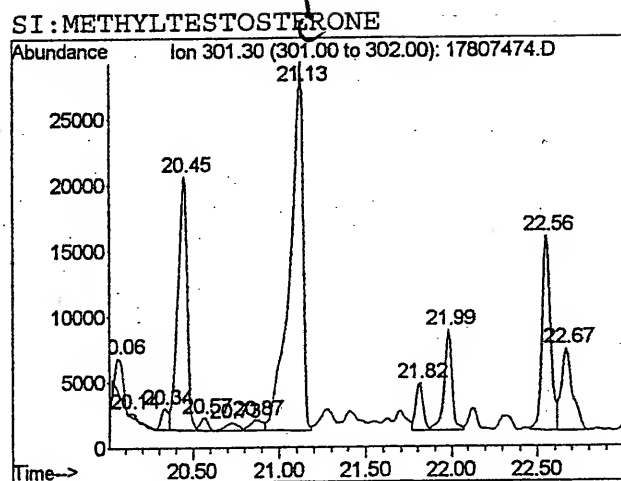
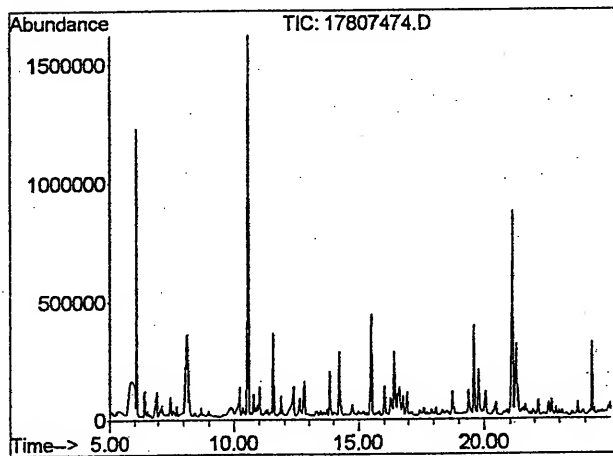
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.7	9.8

File: D:\Msd20\jul106\2207\17807474.D
 Operator: 18
 Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: 178/07 995474 te
 Misc Info:
 Vial Number : 10

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2207\
Data File Name 1780774B.D
Operator 18
Date Acquired 7/22/2006 18:33
Acq. Method File MAN27
Sample Name 178/07 995474 te SSH
Vial Number 11
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

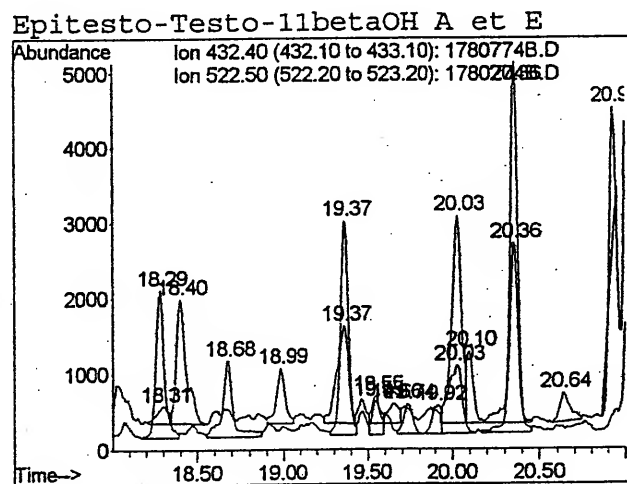
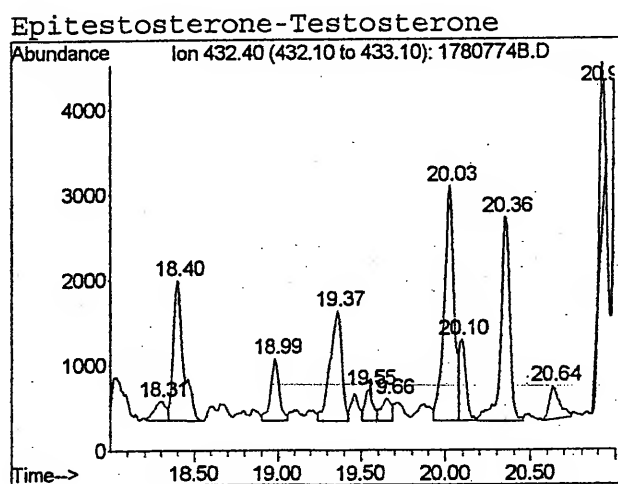
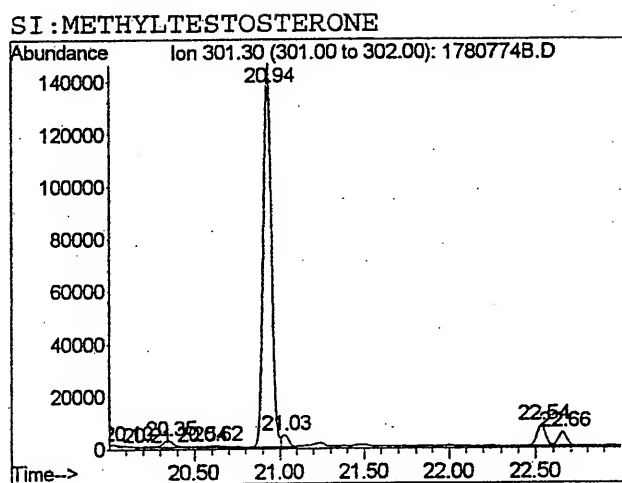
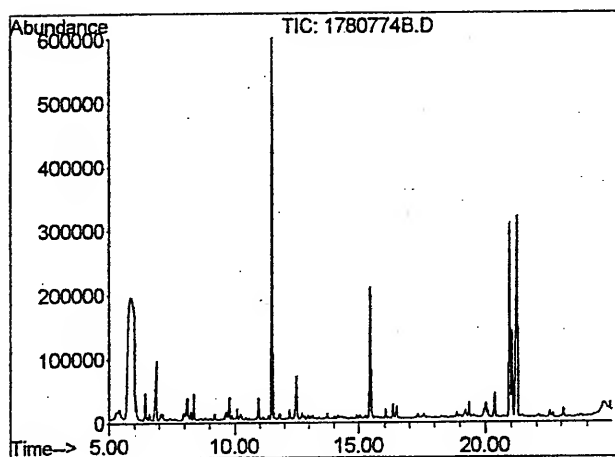
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
2)		18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
3)		19.36	432.4	testosterone	55662	1.06	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.2	10.2

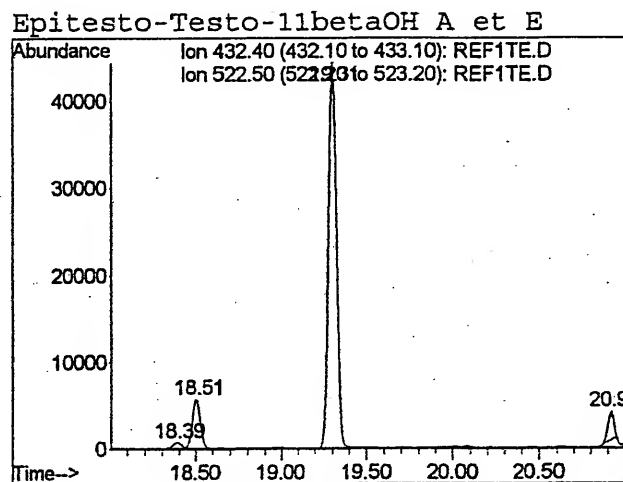
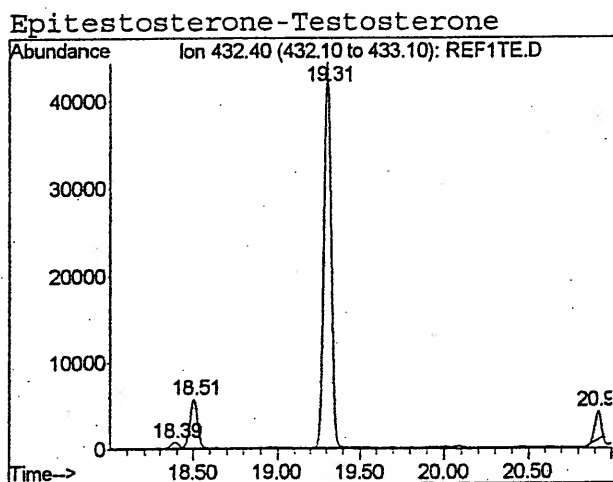
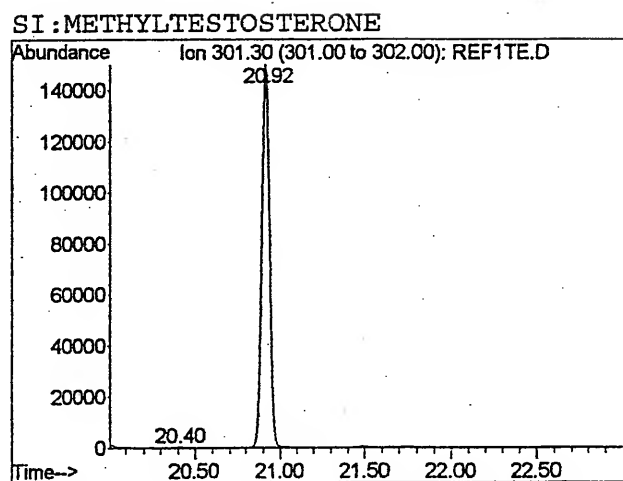
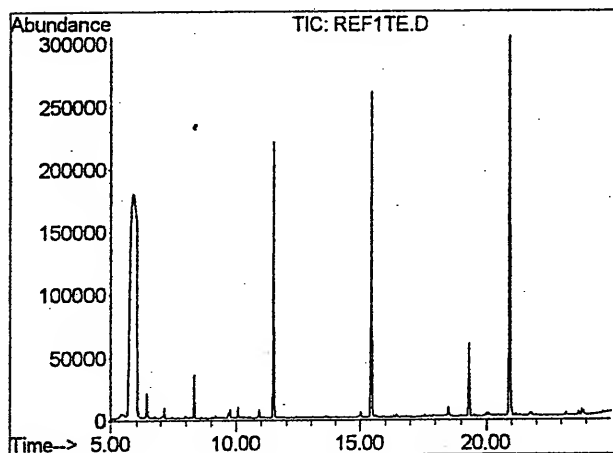
File: D:\MSD20\jul106\2207\1780774B.D
 Operator: 18
 Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: 178/07 995474 te SSH
 Misc Info:
 Vial Number : 11

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



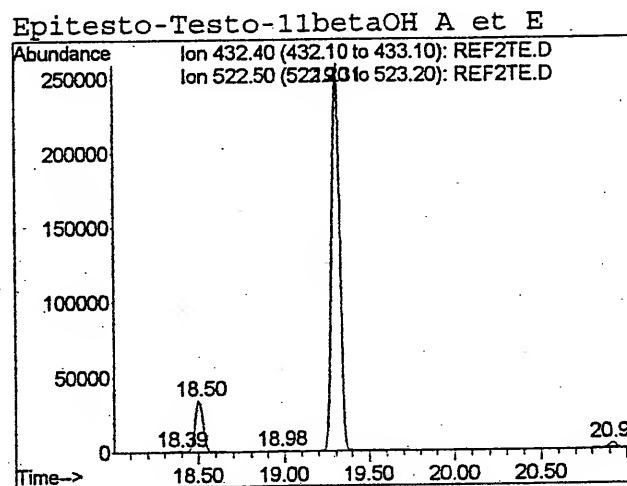
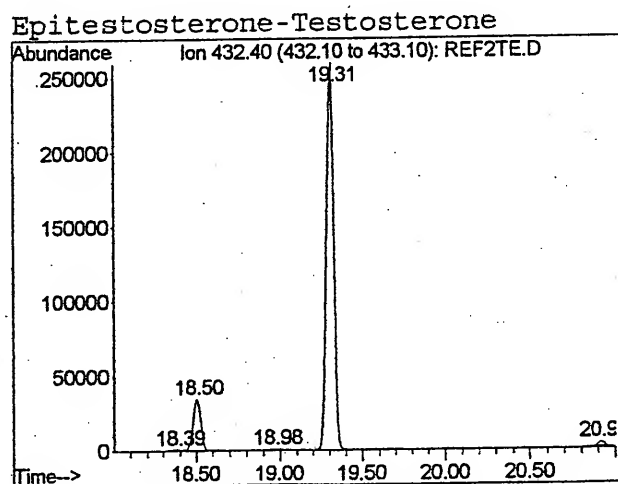
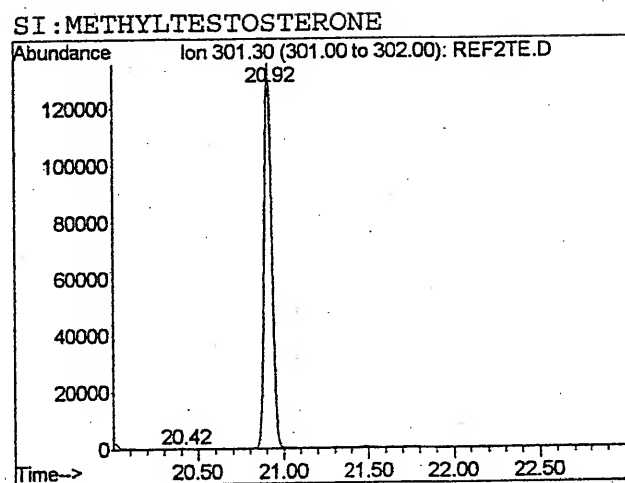
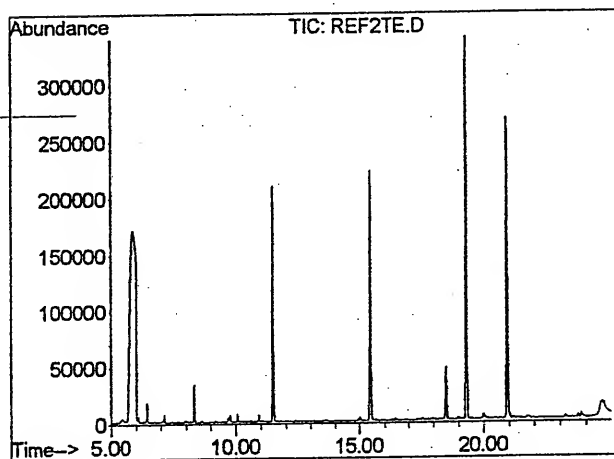
File: D:\Ms20\jui106\2207\REF1TE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t30 e5
Misc Info:
Vial Number : 13

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



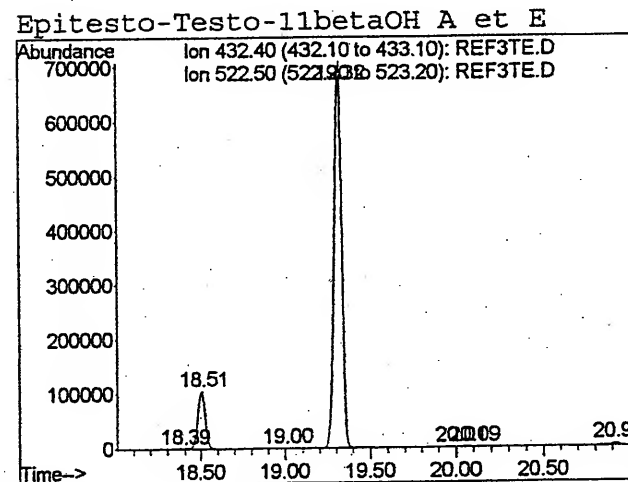
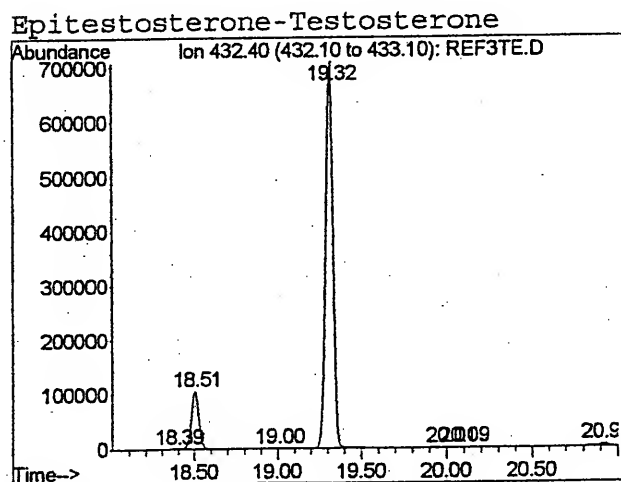
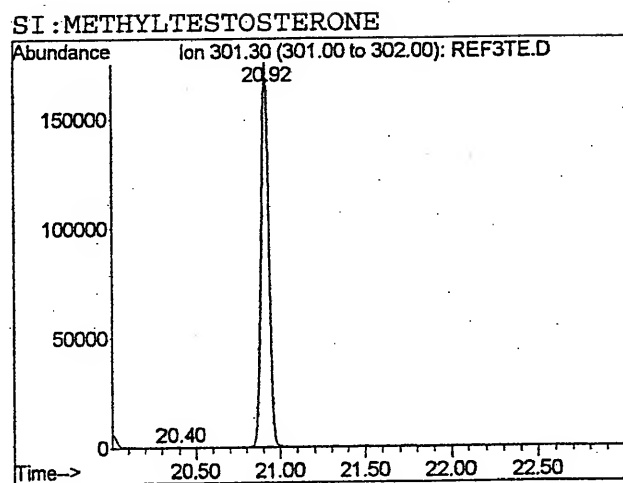
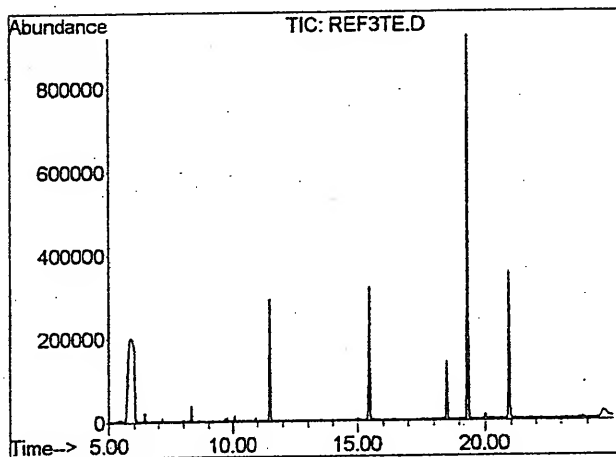
File: D:\Ms20\jul106\2207\REF21E.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t180 e30
Misc Info:
Vial Number : 14

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\MSD20\JUL106\2207\REF3TE.D
 Operator: 18
 Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: blu t360 e60
 Misc Info:
 Vial Number : 15

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : **MSD20**

Date : **22/07/06**

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD / 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),
44/69 (CO2) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme - Fichier : **TPTE**
TP conforme - Fichier : **TPTE**
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :

Oui	Non
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

Code opérateur et paraphe : **18 E**

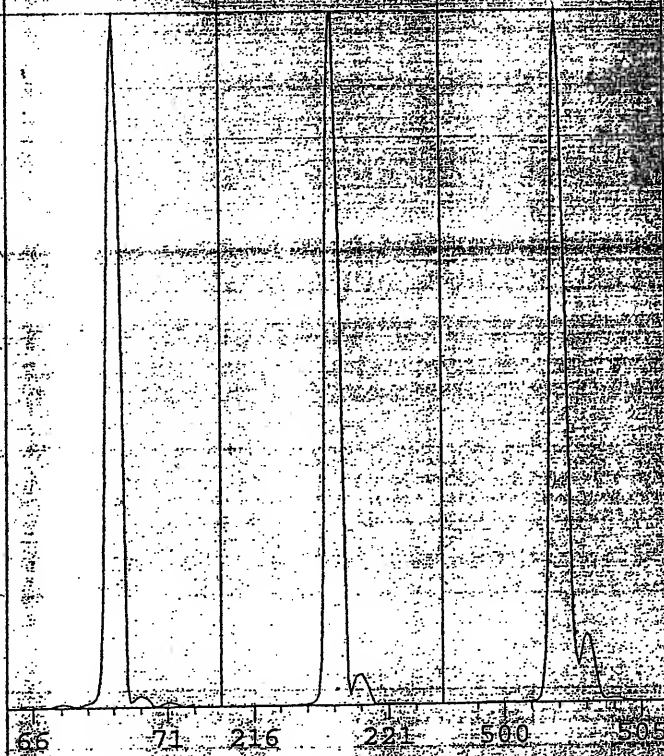
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Instrument: MSD-20

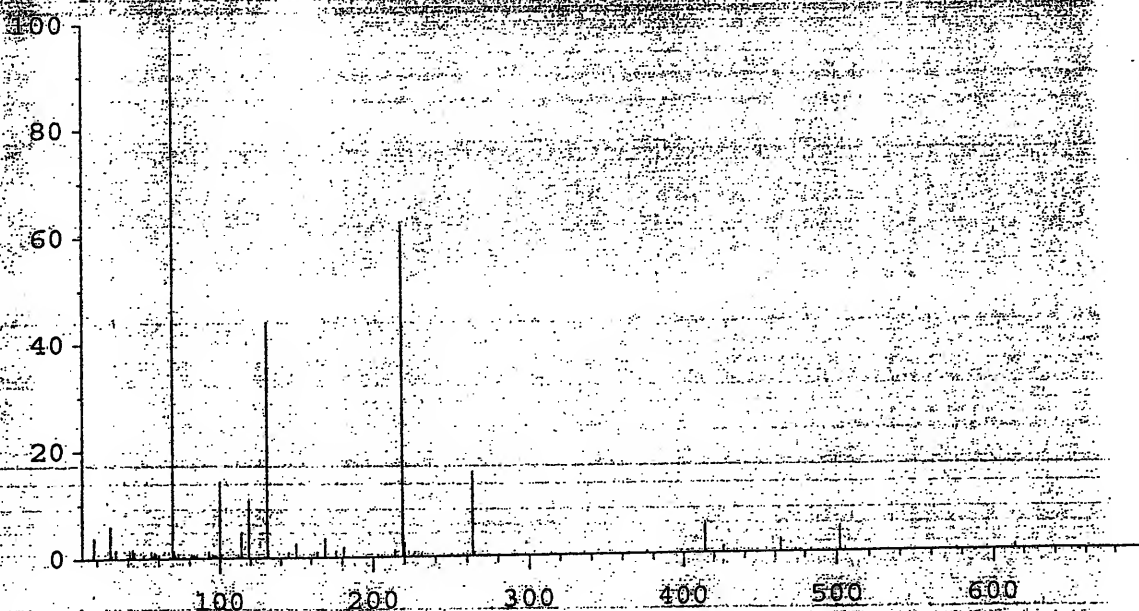
Sat Jul 22 15:22:07 2006

DRAMS.DICHA.MV.153-78.NV.AH.BNE.U

Mass	69.00	Mass	219.00	Mass	502.00	Mass	503.00
Ab	494198	Ab	301645	Ab	21504	Ab	2108
Pw50	0.61	Pw50	0.61	Pw50	0.62	Pw50	0.62

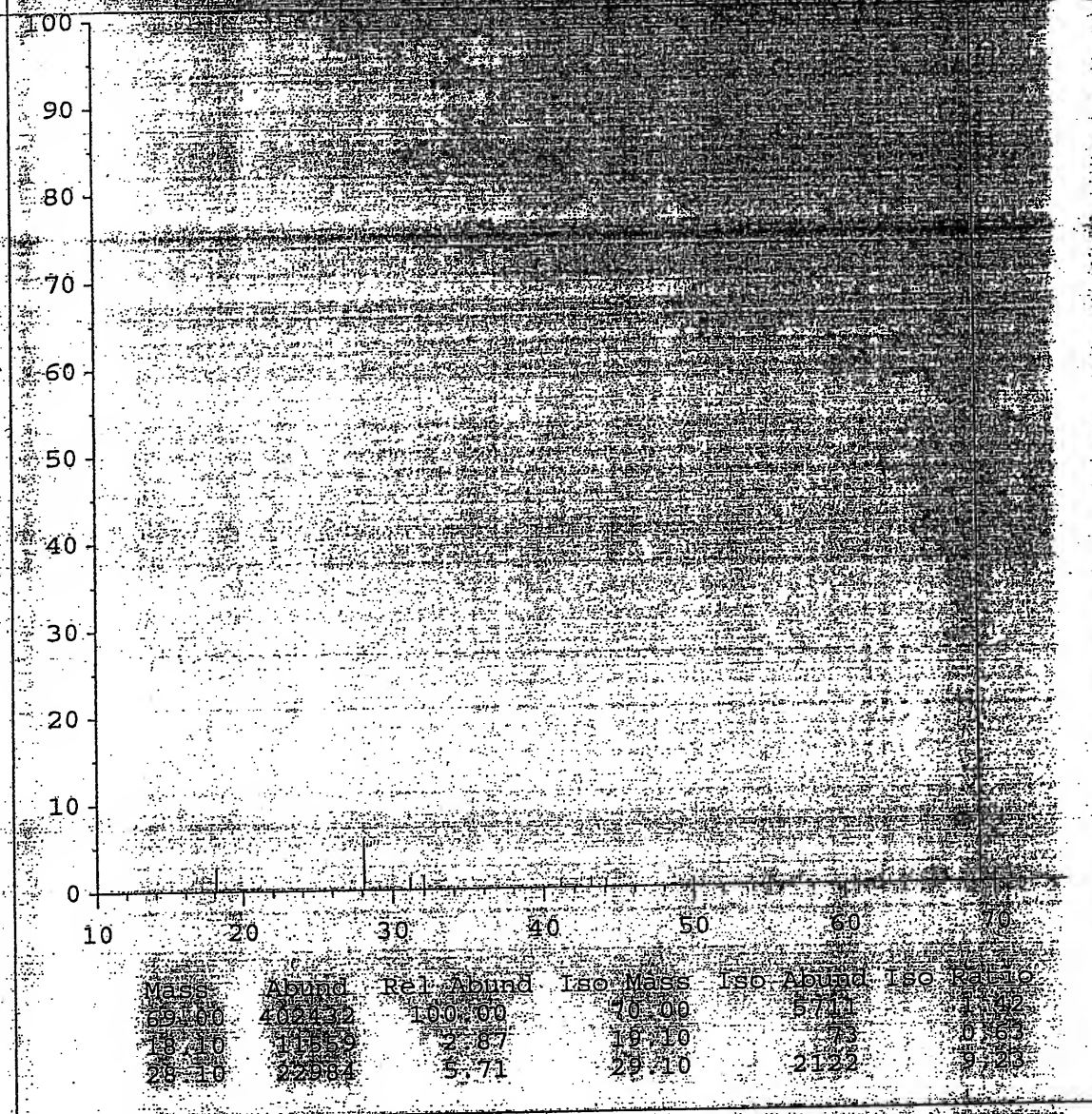


Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
240 peaks Base: 69.00 Abundance: 441856



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	441856	100.00	70.00	6589	1.49
219.00	273984	62.01	220.00	11981	4.37
502.00	21504	4.87	503.00	2108	9.80

Instrument: MSD-200
 Sat Jul 22 13:28:19 2006
 Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 5 Threshold: 0 Step: 0.10
 64 peaks Base: 60 Abundance: 402432

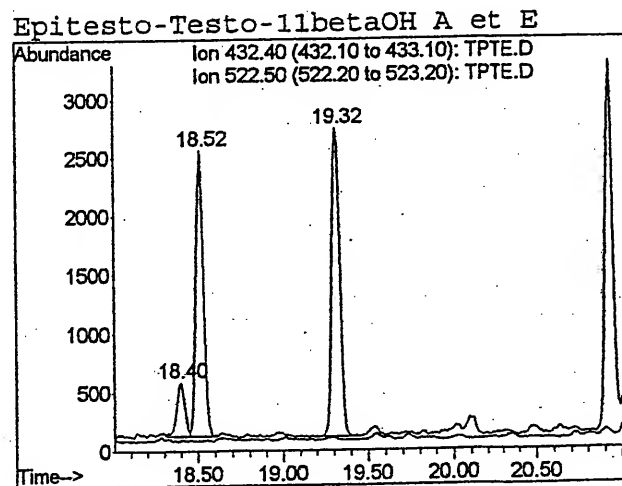
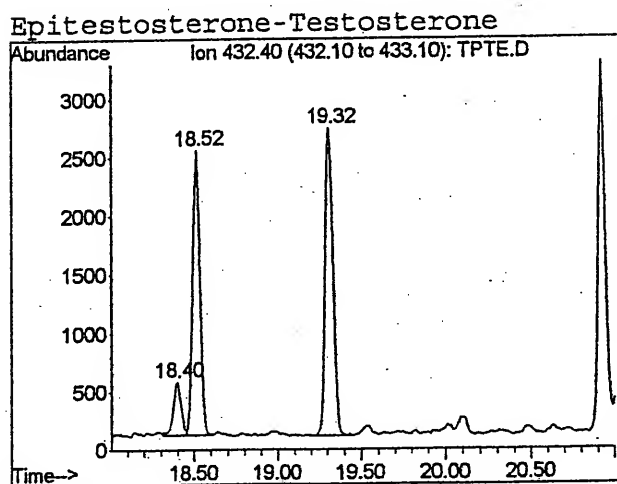
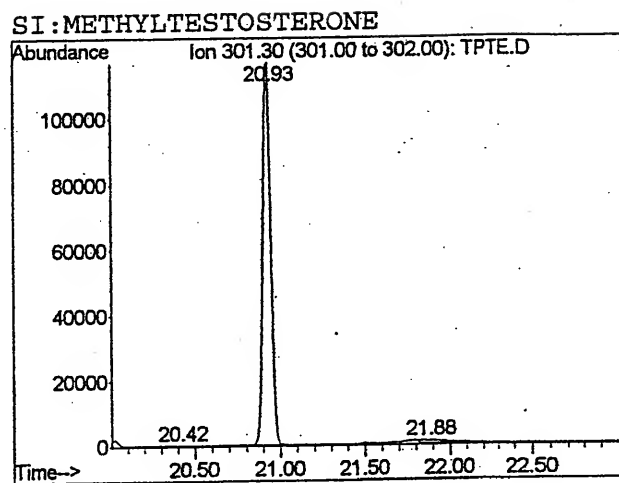
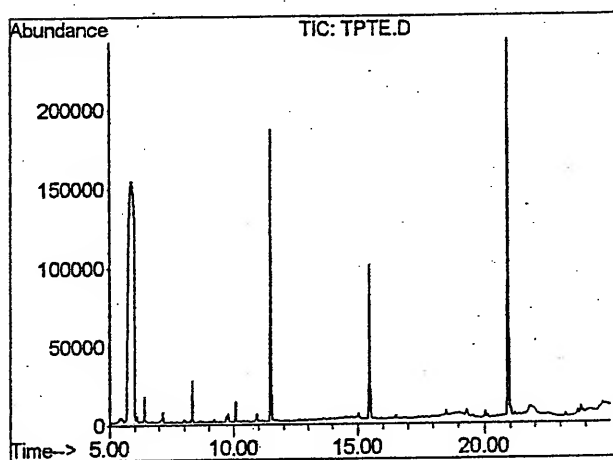


Current Params used:
 Rep = 29.5 Ent1 = 19.07 Entr = 14 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:
 18/69 = 2.87 Water?
 28/69 = 5.71 Nitrogen?
 32/69 = 1.60 Oxygen?
 44/69 = 0.89 Carbon Dioxide?
 28/18 = 198.84 Nitrogen/Water?

File: D:\MSD20\Jul100\2207\1111.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: tp te2
Misc Info:
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-FCR-04B Version : E Date : 29/05/2006 Page : 1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E		

Paraphe :

Echantillon : 178/07 995474 Dilution : 1 / 1
 Ion de quantification Testo et Epitesto : 432 Ion de quantification SI : 301

Concentration de la référence 1 :	Testosterone:	30	Epitestosterone :	5	T/E théorique : 6
Concentration de la référence 2 :	Testostérone:	180	Epitestosterone :	30	T/E théorique : 6
Concentration de la référence 3 :	Testostérone:	360	Epitestosterone :	60	T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testosterone	Surface Epitestosterone
REF1	REF1TE	4680010	1359912
REF2	REF2TE	4212735	7964015
REF3	REF3TE	5428625	21495301
17807474		1397296	2621497
			244818

RESULTAT DE L'ECHANTILLON

	Concentration Testosterone	Concentration Epitestosterone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	
Valeur finale	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	10,7

Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface) : 4

 Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : **30%** pour l'Epitestosterone : **30%** pour la Testosterone : **20%**

 Valeur basse du rapport T/E : **7.5**

 Valeur haute du rapport T/E : **13.9**

 Résultat : Anormal : ☒

 Inclassable : ☐

 Négatif : ☐
Correction des concentrations en Testosterone et Epitestosterone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1.025
Numéro du réfractomètre	2
Densité corrigée :	1.025
Facteur de correction	0.76
Concentration corrigée de Testosterone	193
Concentration corrigée d'Epitestosterone	13

PARAPHE

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

TAB 25

Contre-analyse du : 03 au 05/08/2006

Echantillon n° 995474 "B" (178/07-1)
Prélevé le 20/07/2006

UCI

CA demandée par :
UCI et USADA le 31/07/2006

Compétition : Tour de France 2006 (17^{ème} étape) à
Morzine

T/E = 11.0 + Origine exogène des métabolites de la
Testostérone

USADA 0224

LIST OF CONTENT



SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART

pages 1-31

Sample collection control form (995474)	Pages 1 and 2
Documentation of Shipping (E-AR-02)	Page 3
Documentation of receipt of intact sample	Page 4
Mails from : USADA/UCI/LNDD/CPLD/Dr. De Boer	Pages 5 to 22
Staff involved in the B analysis	Page 23
Acknowledgment of receipt of A sample documentation package	Page 24
Opening form of sample B	Pages 25 and 26
Internal chain of custody of A and B samples and aliquots	Pages 27 to 31

SECTION 2 : TECHNICAL PART

pages 32 -134

2.1 Analysis for confirmation of T/E ratio	
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	Page 32 to 43
Analysis program	Page 44
Calibration curves	Pages 45 and 46
- Negative aliquot	Pages 47 and 48
- Sample B 995474 aliquots (N=3 with hydrolysis; N=1 without hydrolysis)	Pages 49 to 56
- Positive aliquots	Pages 57 to 59
Result form	Page 60
Data on instrument performances	Pages 61 to 64
2.2. Confirmation analysis by GC/C/IRMS	
List of confirmation analyses, method and preparative form	Pages 65 to 73
2.2.1. GC/MS analysis	
Description of GC/MS analysis	Pages 74 to 78
Analysis program	Page 79
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 80 to 93
Result form	Pages 94 to 96
Data on instrument performances	Pages 97 to 99
2.2.2. Isotopic ratio analysis	
Description of GC/C/IRMS analysis	Pages 100 to 101
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 102 to 121
Result form	Pages 122 to 123
Data on instrument performances	Pages 124 to 134

SECTION 3 : Certificate of analysis n°28541

pages 135-136

ANNEXES

pages 137-139

Comments from Dr Douwe de Boer	Pages 137 to 138
List of the requests from Dr. Douwe de Boer	Page 139

SECTION 1

ADMINISTRATIVE PART

USADA 0226

Echantillons / Doc.
Vérifiés par : V2
Conforme ☒ non conforme ☐
N° écart :

FICHE DESTINEE AU LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPA

Joindre obligatoirement les PV et cette fiche avec les prélèvements biologiques !

2006
17507

Identification du médecin ayant effectué les prélèvements :

Nom/Prénom (en lettres majuscules) : BORDABERRY Gérald

Adresse : 4 Av. Vliam

64500 St Jean de Luz Téléphone : 05.82.51.609

Identification des contrôles :

☒ En compétition

☐ Hors Compétition




Le contrôle a-t-il été diligenté par une D.R.J.S. : oui ☐ non ☒ si oui laquelle :

Fédération : FFC V.C.I. Gymnase

Nom de l'épreuve : Tour de France 17^e étape

Lieu : NORZINE Date : 20/07/06

N° prélèvements :

M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
BUR994179 	BUR995474 	BUR994178 	
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum
M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	M <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum	<input type="checkbox"/> Urine <input type="checkbox"/> Sang <input type="checkbox"/> Sérum

Commentaires :

Tracabilité de la chaîne du froid :

Trajet : Lieu de prélèvement/domicile (ou cabinet) : Ambient ☐ +4°C ☒ -20°C ☒
Stockage sur le lieu de collecte : Ambient ☐ +4°C ☒ -20°C ☐

Lieu de collecte (adresse-où s'est effectué l'enlèvement des échantillons) :

Dénomination (Domicile/cabinet/laboratoire...) : Unité Mobile ASO

Adresse : Tour de France

Enlèvement effectué le : 20/07/06

Reçu au LNDD le : 20

20 JUL. 2006

BERLPROCESS-VERBAL DE CONTROLE ANTIDOPAGE / DOPING CONTROL FORM CONFIDENTIEL / CONFIDENTIAL

17-07-2006

Organisme demandeur de contrôle / Organization requesting control											
<input type="checkbox"/> Ministère chargé des Sports <input type="checkbox"/> Direction régionale de la Jeunesse et des Sports <input type="checkbox"/> Fédération nationale <input checked="" type="checkbox"/> Fédération internationale											
Type de contrôle / Type of test											
Inopiné <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <input type="checkbox"/>											
Sexe / Sex M <input checked="" type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/>	<table border="1"> <tr> <th>Compétition</th> <th>Hors compétition</th> </tr> <tr> <td>Internationale <input checked="" type="checkbox"/></td> <td>En club <input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Nationale <input type="checkbox"/></td> <td>Stage hors club <input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Régionale <input type="checkbox"/></td> <td>Cabinet médical <input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td></td> <td>Suivi <input type="checkbox"/></td> </tr> </table>	Compétition	Hors compétition	Internationale <input checked="" type="checkbox"/>	En club <input type="checkbox"/>	Nationale <input type="checkbox"/>	Stage hors club <input type="checkbox"/>	Régionale <input type="checkbox"/>	Cabinet médical <input type="checkbox"/>		Suivi <input type="checkbox"/>
Compétition	Hors compétition										
Internationale <input checked="" type="checkbox"/>	En club <input type="checkbox"/>										
Nationale <input type="checkbox"/>	Stage hors club <input type="checkbox"/>										
Régionale <input type="checkbox"/>	Cabinet médical <input type="checkbox"/>										
	Suivi <input type="checkbox"/>										
Fédération - Discipline / Sport Volleyball											
Nom de l'épreuve - Ville - CP / Event and place Championnat de France - Paris - CP											

Notification de contrôle et accusé de réception / Notification of testing and acknowledgement

Vous êtes convoqué(e) à un contrôle antidopage / You are hereby summoned to appear for doping test

Date / Date
22/07/2006

Nom et signature du Délégué Fédéral / Name and signature of Federal Delegate
M. J. B. / M. J. B.

Nom et prénom du médecin / Name of doctor (en toutes lettres)
Dr. J. B. / Dr. J. B.

Signature du Médecin / Signature of Doctor
[Signature]

Réalisation du contrôle / Test completion

Date du prélèvement / Sampling date
22/07/2006

Echantillons A et B / Samples A and B	Quantité totale d'urine, sang, ml / Total amount of urine, blood, ml	Densité / Specific Gravity	pH / pH
Code Flacon (et container) n° / bottle Code BUR995474	125 ml	1.020	7.0

Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample

[Empty space for insufficient urine sample details]

[Empty space for additional test details]

Médicaments / Drugs ☒ OUI ☐ NON

Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used
(éventuellement nom du médecin prescripteur)

[Signature of prescribing doctor]

Commentaires sur la procédure / Comments on procedure

[Empty space for comments on procedure]

Confirmation / Confirmation

Signature du Délégué Fédéral / Signature of Federal Delegate [Signature]	Signature du Médecin / Signature of Doctor [Signature]
---	---

USADA 0228

Chatenay-Malabry, le 20/07/2006

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS
(Echantillons et Documents)

Du Docteur : BORDABERRY, Gérard

du 20/07/2006

Transporteur : DYNAPOST

N° du Bordereau d'expédition :

Date Réception des prélèvements : 20/07/2006

Des Documents : 20/07/2006

Organisme : Cyclisme (UCI)

Epreuve et Lieu : TDF 2006 étape n°17 à Morzine

Nombre total d'échantillons recus : A + B

Numéro(s) des échantillon(s) :

994178 994179 995474

Numéro(s) Laboratoire attribué(s) : 178/07

Commentaires :

Adeline MOLINA-PAUL
Responsable Logistique

DRJS :



email direction LNDD

De: Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]
Envoyé: lundi 31 juillet 2006 17:41
À: email direction LNDD
Objet: échantillon 995474
Importance: Haute

Cher Dr. De Ceaurriz,

Conformément à l'article 191 du règlement antidopage de l'UCI, la demande de contre analyse peut être faite par la commission antidopage de l'UCI.

Nous vous serions reconnaissants de bien vouloir nous proposer plusieurs dates pour mener à bien la contre analyse de l'échantillon n°995474, prélevé lors du Tour de France 2006.

Dans l'attente de vos promptes nouvelles, nous vous adressons, cher Dr. De Ceaurriz, nos meilleures salutations !

Christian Varin
Manager Antidopage / Antidoping Manager
Union Cycliste Internationale
CH - 1860 Aigle

Tél : +41-24.468.58.11
Fax : +41-24.468.58.12
www.uci.ch

IMPORTANT NOTICE :

This message contains confidential information and is intended only for the individual named herein. If you are not the herein named addressee you should not disseminate, distribute copy or otherwise make use of this e-mail. Please notify the sender immediately by e-mail if you have received this e-mail by mistake, and delete this e-mail from your system.

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail.
Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.

31/07/2006

USADA 0231

5

Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<p>Expéditeur :</p> <p>J. de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage</p> <p>Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com</p>	<p>Destinataire : C. VARIN</p> <p>Organisme : UCI</p> <p>Fax : 00.41.24.468.59.14</p>
--	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur,

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-analyse débutera à 9h00 au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser avant la contre-analyse un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations.

J. de CEAURRIZ

HP LaserJet 3100
Imprimante/Télécopieur/Copieur/Scanner

ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour
HP LaserJet 3100
54545454545454545
31-Jul-06 18:23

Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
825	31/ 7 18:23....	0'31"	+41 24 468 59 14	Envoi.....	1/ 1	EC144	Terminé.....

Total 0'31" Pages envoyées: 1 Pages imprimées: 0



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur : J. de CEAURIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	Destinataire : C. VARIN Organisme : UCI Fax : 00.41.24.468.59.14
--	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur,

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-analyse débutera à 9h00 au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser avant la contre-analyse un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations,

J. de CEAURIZ

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry - FRANCE
Téléphone : + 33 (0) 1 46 60 28 69 - Télécopie : +33 (0) 1 46 60 30 17 - e-mail : direction@lndd.com

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@lndd.com]

Envoyé: lundi 31 juillet 2006 18:28

À: 'christian.varin@uci.ch'

Objet: Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006

Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006

Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEARRIZ

31/07/2006

USADA 0234

8

Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur : Jacques de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	Destinataire : M. DAUTRY - Secrétaire Général Organisme : CPLD Fax : 01.40.62.76.85
--	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 3

Monsieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur l'échantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ainsi que notre proposition de date.

Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales salutations.

J. de CEAURRIZ



Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
832	1/ 8 9:06....	0'52"	0140627685	Envoi.....	3/ 3	EC144	Terminé.....

Total 0'52" Pages envoyées: 3 Pages imprimées: 0



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur : Jacques de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	Destinataire : M. DAUTRY - Secrétaire Général Organisme : CPLD Fax : 01.40.62.76.85
--	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 3

Monsieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur l'échantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 176/07-1) ainsi que notre proposition de date.

Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales salutations.

J. de CEAURRIZ



VIA FACSIMILE

July 31, 2006

Christian Varin, Manager
Anti-Doping Services
Union Cycliste International
Ch 1860 Aigle
Switzerland

J. de Ceaurriz, Director
Laboratoire National de Depistage du
Dopage
143, avenue Roger Salengro
92290 Chatenay-Malabry
FRANCE

Board of Directors

Ralph W. Hale, MD
Chair

Richard W. Cohen, MD
Vice Chair

Barry Axelrod
Treasurer

Kate Hendrickson Borg, CHMM
Secretary

Evelyn Ashford

Lawrence Brown, Jr., MD, MPH

Jean Fourcroy, MD, PhD, MPH

Andrew Mecca, Dr PH, MPH

Annette Salmeen, DPhil

RE: UCI File No. 29/06
Tour de France, July 20, 2006
Floyd Landis - Sample #995474

Gentlemen:

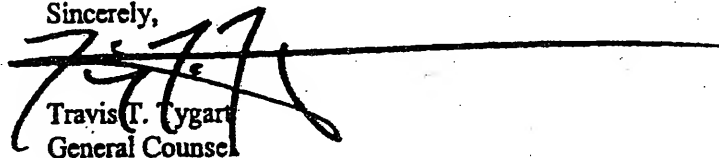
I am in receipt of the letter from UCI dated July 31, 2006, and the letter of today from the Mr. Landis requesting the B sample opening and analysis.

I am writing to confirm that the B sample opening and analysis of sample #995474 will begin on Thursday, August 3, and conclude on Saturday, August 5, 2006. USADA understands that that the B sample confirmation will include the testosterone/epitestosterone analysis and the carbon isotope ratio analysis.

Additionally, the athlete will be represented by Mr. José M. Buxeda and Dr. Douwe de Boer. USADA will also have a representative, Ms. Caroline Hatton, attend the B sample opening and analysis.

If you have any questions or concerns about this matter, please do not hesitate to contact me.

Sincerely,


Travis T. Tygart
General Counsel

cc: Sean Petty, USA Cycling (w/o encls.)
Gary Johansen, USOC Deputy General Counsel
Jim Scherr, USOC Chief Executive Officer
Mr. José M. Buxeda & Mr. Luis Sanz Hernández, Counsel for Mr. Landis

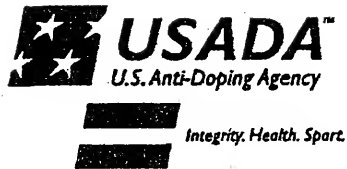
United States Anti-Doping Agency

1330 Quail Lake Loop, Suite 260, Colorado Springs, CO 80906 ■ Tel: 719.785.2000 ■ Fax: 719.785.2001

usada@usantidoping.org ■ www.usantidoping.org

USADA 0237

11



Facsimile Cover Sheet

To: Christian Varin, UCI
J. de Ceaurriz

Fax: 41 24 468 58 12
Fax: 33 1 46 60 30 17

From: Travis T. Tygart
Company: U.S. Anti-Doping Agency
Address: 1330 Quail Lake Loop, Suite 260
Colorado Springs, Colorado 80906-4651 USA
Direct: +719-785-2032
Fax: +719-785-2001
e-mail:
Date: 7/31/2006
Re: UCI File No. 29/06
Tour de France, July 20, 2006
Floyd Landis - Sample #995474

Pages (including 16
this cover page):

Comments:

CONFIDENTIALITY NOTICE

The information contained in this facsimile transmittal sheet and document(s) that follow are for the exclusive use of the addressee and may contain confidential, privileged and non-disclosable information. If the recipient of this facsimile is not the addressee, or a person responsible for delivering this facsimile to the addressee, such recipient is strictly prohibited from reading, photocopying, distributing or otherwise using this facsimile transmission, or its contents, in any way. If the recipient has received this facsimile transmission in error, please call us immediately and return the facsimile transmission to us via the United States Postal Service. Thank you.

FLOYD LANDIS

1. To:

USA CYCLING
To Mr Steve Johnson
By fax: + 1 719 785 2023 + 1 719 866 4628

2. Copy:

(i) **INTERNACIONAL CYCLING UNION (UCI)**

To Mr Christian Varin
By fax: + 41 24 468 5812

(ii) **USADA**

To Mr Travis Tygart
By fax: + 1 719 785 2001

(iii) **LNDD – Laboratoire National de Dépistage du Dopage**

To Mr Jacques de Ceaurriz
By fax: + 33 1 4660 3017

(iv) **PHONAK HEARING SYSTEMS**

To Mrs Monika Zuercher
By fax: + 41 55 2547011

31st July 2006

Dear Sirs:

I have received on the 26th July from my team PHONAK HEARING SYSTEMS copy of a letter sent by UCI that same day concerning my testing positive (T/E) in the Tour de France on the stage of the 20th July.

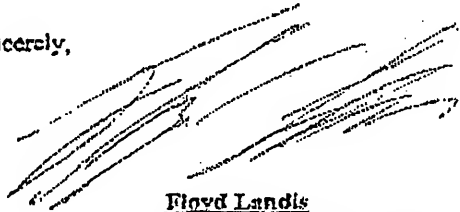
By means of this letter:

- (i) I formally require the B sample analysis, in accordance with articles 191 and following of the Anti-Doping Rules (ADR).
- (ii) I appoint as my legal representatives, Mr Luis Sanz Hernández and Mr José M^a Buxeda Maisterra, lawyers in Madrid (Spain). I request that any formal communication concerning this issue is sent to the latter (Mr José M^a Buxeda, MASONS BUXEDA MENCHEN ABOGADOS, calle José Ortega y Gasset, n^o 29, 28006 – Madrid, T +34-914363325, F +34-914363329, e-mail: jm.buxeda@mbm-abogados.com). According to article 198 ADR, they will attend the opening of sample B.
- (iii) I appoint as the expert that will attend the sample B analysis on my behalf, Dr Douwe de Boer, Department of Clinical Chemistry, University Hospital Maastricht.
- (iv) I require a copy of the complete analysis report for sample A that should be sent to my legal representatives as soon as possible.

- 2 -

- (v) I require from the medical services at the UCI a thorough endocrinological study, to be carried out in a specialised medical center in Europe and the United States.

Yours sincerely,

A large, stylized handwritten signature in dark ink, appearing to be 'Floyd Landis', written over several lines.

31/7/06

Floyd Landis

Licence 0020272 - UCI Code USA 19751014

Châtenay-Malabry, le 1er août 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<u>Expéditeur :</u> Jacques de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	<u>Destinataire :</u> M. DAUTRY <u>Organisme :</u> CPLD <u>Fax :</u> 01.40.62.76.85
--	--

Nombre de pages y compris celle-ci : 5

Monsieur,

Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°995474B en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.

Cette opération se déroulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.

Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

J. de CEAURRIZ



HP LaserJet 3100
Imprimante/Télécopieur/Copieur/Scanner

ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour
HP LaserJet 3100
54545454545454545
1-Aoû-06 9:09

Fac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
333	1/ 8 9:08....	1'21"	0140627685	Envoi.....	5/ 5	EC144	Terminé.....

Total 1'21" Pages envoyées: 5 Pages imprimées: 0



Châtenay-Malabry, le 1er août 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur : Jacques de CEAURRIZ Directeur du Laboratoire National de Dépistage du Dopage Tél : +33 (0) 1.46.60.28.69 Fax : +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail : direction@lndd.com	Destinataire : M. DAUTRY Organisme : CPLD Fax : 01.40.62.76.85
--	---

Nombre de pages y compris celle-ci : 5

Monsieur,

Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°9954748 en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.

Cette opération se déroulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.

Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

J. de CEAURRIZ

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry - FRANCE
Téléphone : + 33 (0)1 46 60 28 69 - Télécopie : +33 (0)1 46 60 30 17 - e-mail : direction@lndd.com

email direction LNDD

De: Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]
Envoyé: mardi 1 août 2006 09:51
À: email direction LNDD
Objet: RE : Date contre-expertise echantillon n°995474

Cher Dr. De Ceaurriz,

nous nous référons à la communication de USADA confirmant que la contre analyse pourra avoir lieu jeudi, vendredi et samedi (3 au 5 août 2006)

pourriez-vous confirmer à toutes les parties que la contre analyse débutera à 9h00 précise?

l'UCI désignera Martial Saugy en qualité d'expert.

Bien cordialement!

Christian Varin

----- Message d'origine-----

De: email direction LNDD [mailto:direction@lndd.com]
Date: lun. 31/07/2006 18:28
À: Varin Christian - UCI
Objet : Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006

Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006

Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEARRIZ

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail.
Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.

email direction LNDD

De: D Boer de [DDB@liche.azm.nl]
Envoyé: mardi 1 août 2006 16:57
À: Direction@lndd.com
Cc: servicioslegales_abogados@hotmail.com
Objet: B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands
Phone: +31-43-3876696
Fax: +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

This email and any attachments may contain confidential or privileged information and is intended for the addressee only. If you are not the intended recipient, please immediately notify us by email or telephone and delete the original email and attachments without using, disseminating or reproducing its contents to anyone other than the intended recipient. The azM shall not be liable for the incorrect or incomplete transmission of this email or any attachments, nor for unauthorized use by its employees.

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail.
Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Maastricht, The Netherlands
tel: +31-43-3876696
fax: +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

TELEFAX MESSAGE

To: Prof. Jacques de Ceaurriz
LNDD

Telefax number: +33-1-46 60 30 17

Subject: B-sample analysis

Date: 02-08-06

Number of pages: 2 (including front page)

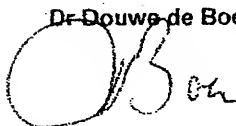
Dear Prof. Ceaurriz,

Yesterday, I tried to send you an e-mail message which was returned without a successful delivery.

Today, I send you a copy of that message by fax.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer



D Boer de - B-sample analysis Landis

Page 1

cy LANDIS 06. u

Van: D Boer de
Aan: Direction@lndd.com
Datum: 01-08-06 16:56
Onderwerp: B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saturday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands
Phone: +31-43-3876696
Fax: +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

CC: servicioslegales_abogados@hotmail.com

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@lndd.com]

Envoyé: mardi 1 août 2006 11:47

À: 'christian.varin@uci.ch'; 'usada@usantidoping.org'; 'im.buxeda@mbm-abogados.com'

Objet: Contre analyse Landis

This e-mail is to inform you that the counter-analysis of sample B 995474 will start on Thursday August 3 at 9 a.m in the LNDD and will conclude on Saturday, August 5, 2006.
Please note that the athlete will be represented by Mr José M. BUXEDA and Dr Douwe de Boer, USADA by Caroline HATTON and UCI by Dr Martial SAUGY.

Sincerely,

J. de CEAURRIZ

01/08/2006

USADA 0247

21

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@lndd.com]

Envoyé: mercredi 2 août 2006 10:08

À: 'ddb@lche.azm.nl'; 'ddb@klinchem.azm.nl'

Objet: Contre Analyse Landis

Dear Dr de BOER,

This e-mail is to inform you that the full laboratory documentation package of the A sample analysis is available and will be given to the experts at the beginning of the B-sample procedure.

With best regards,

J. de CEAURRIZ

02/08/2006

USADA 0248

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-03 Version : C Date : 11/04/2005 1/1
PROGRAMMATION D'UNE CONTRE-EXPERTISE		

N° rapport concerné : ...178107- 1

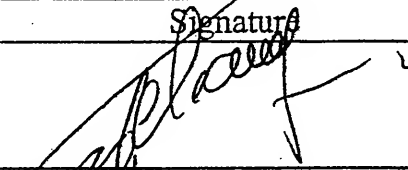
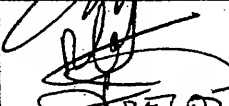
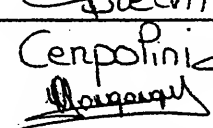
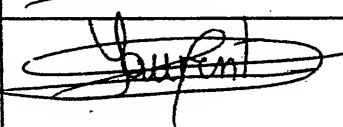
N° d'échantillon concerné : ...995474.....

Produit(s) soumis à l'analyse :

T/E.....

Date retenue pour l'analyse :/...../..... 03/04/05 août 2006

Département(s) concerné(s) :

Personnes concernées	Signature
Directeur : J. De Courrèz	
Analyste : Ruddy Barlaque Cécile Frelat	
Chef de département : Adjoint Adjoint	Cerpolini Cerpolini 
CDLT : Adjoint Aurélie Laurent	

Documents à fournir :

- E-CE-01 : Formulaire d'ouverture de l'échantillon B
- E-CE-02 : Remise sous scellé en cours de Contre-expertise
- E-CE-05 : Fiche de suivi de résultat d'une contre-expertise
- annexes des documents administratifs de la série de l'échantillon concerné
- dossier d'analyse positif
- courriers (demandes d'analyse et réponses)

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de contre-expertise

USADA 0249

August 3, 2006

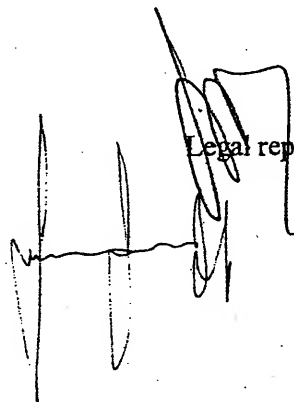
We undersigned, Dr. Douwe De Boer and Mr Jose M. Boxeda, recognize to have received the full documentation package (207 pages) of sample A n° 995474 from the LNDD, Thursday August 3 2006, at the beginning of the procedure of counter-analysis of the corresponding B sample.

Dr. Douwe De Boer



Expert

Mr Luis Sanz
Mr Jose M. Boxeda



Legal representative

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : C Date : 05/12/2005 1/2
Formulaire d'ouverture de l'échantillon B		

Demande faite par : USADA / DCI Le(s) : 31/07/2006

Date : 03/08/2006

Identification des personnes présentes :

legal representatives

USADA OSADA representatives

Laboratoire	Personne indépendante	Expert	Autre
Nom : <u>de CE ADEZ</u> MONGONGU Cenpolini	<u>FRENT</u> Barlaque	<u>MR. D. de Boer</u> MR. D. de Boer	<u>CAROLINE HATTON</u> <u>MARTIAL SAUBY</u> UCI EXPERT
Signature : <u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>

Destockage du flacon A : Date : 03/08/06 Heure : 9 h. 12 Opérateur : 18

Destockage du flacon B : Date : 03/08/06 Heure : 9 h. 12 Opérateur : 18

Lieu de déstockage : Chambre froide n° 5

Conditions de stockage du flacon B : -80°C ☐ -20°C ☒ +4°C ☐

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° B 995474

Nature du milieu biologique : urine

Identification : Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☒ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation (Signatures) :

legal representatives

USADA OSADA representatives

Laboratoire	Personne indépendante	Expert	Autre
<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>	<u>[Signature]</u> <u>[Signature]</u>

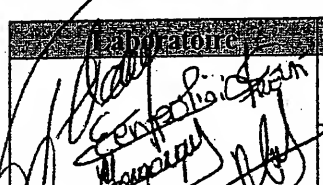
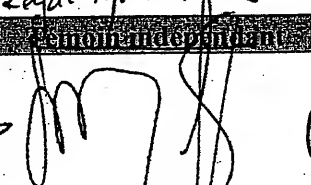
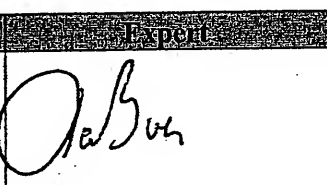
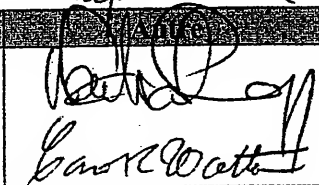
LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : C Date : 05/12/2005 2/2
Formulaire d'ouverture de l'échantillon B		

Ouverture :

N° du flacon : B...995674...

Volume : ...4.5...mL (approximativement)
 (si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

Validation (Signatures) :

Laboratoire		Témoin indépendant	Expert	UCI of USAID representative
<i>Laetitia representative</i> 				

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 1/2
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

N° de Série : 178/07

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
V21	20/07/06 à 21h35	-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu
A	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR.1 (+4°C)
B	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR3 (-20°C)

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
21/07/2006 - 7h25	44	Salle 107	Destockage pour mise en tube EPO
21/07/2006 - 8h10	44	Salle 107	Mise en tube EPO
21/07/2006 - 9h10 Mise en tube n°1	19	Salle 006	Mises en tube pour : ES02/ES02C - BBS/EPH ES03 - CD ES03B - LCH ES04/ES05 - H/MS2 ES06 - IMMUNO ES08B - COLORIMETRIE
21/07/2006 - 09H25	19	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
22/07/2006 - 09h05	18	S. 103 (ambiant)	Mise à l'ambiant
22/07/2006 - 10h50	18	S. 103 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation T/E
22/07/2006 - 11h20	49	S. 104 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation IRMS
22/07/2006 - 12h45	18	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
23/07/2006 - 14h30	28	S. 103 (ambiant)	Mise à l'ambiant
23/07/2006 - 15h00	28	S. 103 (ambiant)	Re- Mise en tube pour la confirmation T/E
23/07/2006 - 17h00	28	CH.FR1 (+4°C)	Stockage
24/07/2006 - 08h20	18	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

USADA 0253

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : B Date : 22/08/2005 2/2
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 – 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage
03/08/2006 – 9h12	18	Ambiant	Destockage pour décongélation
03/08/2006 – 11h03	26	S004 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC31
03/08/2006 – 11h05	23	S103 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC24D
Flacon vide – pas de remise sous scellé			

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

USADA 0254

28

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 1/3
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	USADA 0255

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 2/3
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{ème} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h05	Aliquote EC24D	23	Préparation	Confirmation T/E
03/08/2006 19h45	Aliquote EC24D	23	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

USADA 0256

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : B Date : 22/08/2005 3/3
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h03	Aliquote EC31	26	Préparation	Confirmation IRMS
03/08/2006 13h54	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 14h59	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 16h03	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 17h48	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 19h18	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 20h47	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	

SECTION 2

TECHNICAL PART

USADA 0258

SECTION 2.1

Analysis for confirmation of T/E ratio

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES		
N° de laboratoire : 178107 N° échantillon : 995476		
Produit(s) confirmé(s) : Testosterone / Epitestosterone		
pH mesuré en conf : 5,18		Densité affichée en conf : 1,025 Réfractomètre n° : 2 * Densité corrigée : 1.025
Essai n° : EC		
Mode opératoire de préparation : M-EX-		Version :
Mode opératoire d'analyse : M-AN-		Version :
CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
Essai n° : EC 24D		
Mode opératoire de préparation : M-EX-04B		Version : E
Mode opératoire d'analyse : M-AN-27		Version : C
CG/SM (SIM) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>
CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée: T = 61,7 ng/ml // E = 5,7 ng/ml // T/E = 11		
* Concentration corrigée : Testo : 45,7 ng/ml Epi : 4,2 ng/ml		
Essai n° : 		
Mode opératoire de préparation : 		Version :
Mode opératoire d'analyse : M-AN-		Version :
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>		
Concentration mesurée: 		
* Seuil corrigé : 		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : 23		
Code opérateur du responsable : 18		
Date et paraphe : 04/08/06		Date et paraphe : 04/08/06
<div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: center;"> <div> Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/> </div> <div> (Signature) </div> </div>		
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée : 		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

USADA 0260

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 1 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether <i>étapes en gris clair</i>	Hydrolyse <i>étapes en trait épais</i>	Extraction - évaporation - dérivation <i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

Prise d'essai = 2 mL
Préparer les tubes en double

Extraire 20 min avec 2 mL d'ether

Centrifuger

Récupérer le 1^{er} de phase etherée

Evaporer les 2^{es} de phase etherée
simultanément

Rassembler les phases etherées du
blanc, du réactif et des phases urinaires
dans un flacon de 10 mL

Prise d'essai = 2 mL

Ajouter 50 µL de SI

Matériel

Tube à vis (13*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Dispensette
Rolling

Centrifugeuse 4000tr/min

Pipette Pasteur
Poire de prélèvement

Bain à sec

Becher

Tube échantillon Gilson (12.5*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

Réactifs et produits

Diethylether (S06)

APPLICABLE le

01 DEC. 2005

Azote

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

17aMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date :01/12/2005 2 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C (b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuger 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Version	Nom du rédacteur	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Cerpolini</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	<i>De CEAURRIZ</i>

Version	Motif	Date
---------	-------	------

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT		Codification : E-TE-03A Version : M Date : 13/09/2005	
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC				
Echantillon : 178/07 395474		Mode opératoire d'extraction : M-EX-04B		
Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
03/08/06	pHmet n° : 7	21,8	5,18	
03/08/06	Refract n° 2		1,025	
Date de mise à l'ambient de l'échantillon 03/08/06		Heure de mise à l'ambient : 3H12		
Prise d'essai PE : 2 mL		Heure de la PE : 11H05		Paraphe :
	Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)
Echantillon			1/1	2 mL
Blanc	45	1,022	1/1	2 mL

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en µg/mL					
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI : methyltestosterone	SI3-0467	4 µg/L	50						100					
Testosterone	H10-035-2	1 µg/µl	4						2					
Epitestosterone	H7-032-1.1	1 µg/µl	4						2					
Testosterone	H10-034-1	10 µg/µl	6						30					
Epitestosterone	H7-033-1.1	1 µg/µl	10						5					
Testosterone	H10-035	100 µg/µl	36						180					
Epitestosterone	H7-032-2	10 µg/µl	6						30					
Testosterone	H10-034	100 µg/µl	72						360					
Epitestosterone	H7-033-2	10 µg/µl	12						60					

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	03/08/06	11H45	12H05		
Evaporation	03/08/06	12H30	13H00	Bain à sec n° : à froid	
Incubation	—	—	—	T (°C) : —	
Mise à pH	03/08/06	13H05		Code tampon : T130306-07	
Hydrolyse	03/08/06	13H10	14H10	Dlu enzyme : 01/09/06. Etuve n° : 5	
Extraction	03/08/06	14H20	15H25	Dlu NH4OH : RT : Gilson n° : 1	1
Stockage	—	—	—	Lieu : —	
Evaporation	03/08/06	15H30	16H00	Bain à sec n° : 17	
Dérivation	03/08/06	16H05	16H25	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 15/08/06. Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	
Evaporation	—	—	—	Bain à sec n° : —	
Reprise	—	—	—	—	
Stockage	—	—	—	Lieu : —	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data
- () Pre-Run Cmd/Macro =
- (X) Data Acquisition
- (X) Data Analysis
- () Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)
Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 'C
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0(Off)		

Post temp: 0 'C
Post time: 0.00 min
Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 170.0 kPa (On)
Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.3 mL/min
Total flow: 14.8 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:1

USADA 0265

37

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091Z-002
HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
Max temperature: 350 'C
Nominal length: 25.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 170.0 kPa
Nominal initial flow: 0.9 mL/min
Average velocity: 40 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
Description: Interface
Initial temp: 280 'C (On)
Initial time: 0.00 min
Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

TIME TABLE

Time Specifier

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : SIM

MS Information

Solvent Delay : 2.50 min

EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1
Group ID : 1
Resolution : Low
Plot 1 Ion : 301.3
Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
(209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50)
(341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)
(432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:3

39

USADA 0267

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quanti T/E

Calibration Last Updated: Thu Aug 03 09:24:50 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone (ISTD TR)
Ret. Time 20.90 min., Extract & Integrate from 20.40 to 21.40 min.

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	4741732
2	100.000	3738708
3	100.000	4816134

ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone ()
Ret. Time 18.49 min., Extract & Integrate from 17.99 to 18.99 min.

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	129729
2	30.000	534747
3	60.000	1904191

Curve Fit: Linear, forced through origin

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
DEMO.L 0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 41

USADA 0269

Quantification du rapport T/E
Calibration Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone

(ISTD TR)

Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	100.000	3782021
2	100.000	3011193
3	100.000	3783290

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone

()

Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	5.000	294592
2	30.000	1324358
3	60.000	3442296

Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear

3) Testosterone

(TR)

Ret. Time 19.30 min., Extract & Integrate from 18.80 to 19.80 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID	Conc (ng/mL)	Response
1	30.000	1845917
2	180.000	7860237
3	360.000	20557109

Qualifier Peak Analysis ON

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 42

USADA 0270

Curve Fit: Linear

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\0308.S

Comment:

Operator: 23

Data Path: D:\Msd20\aut06\0308\

Pre-Seq Cmd:

Post-Seq Cmd:

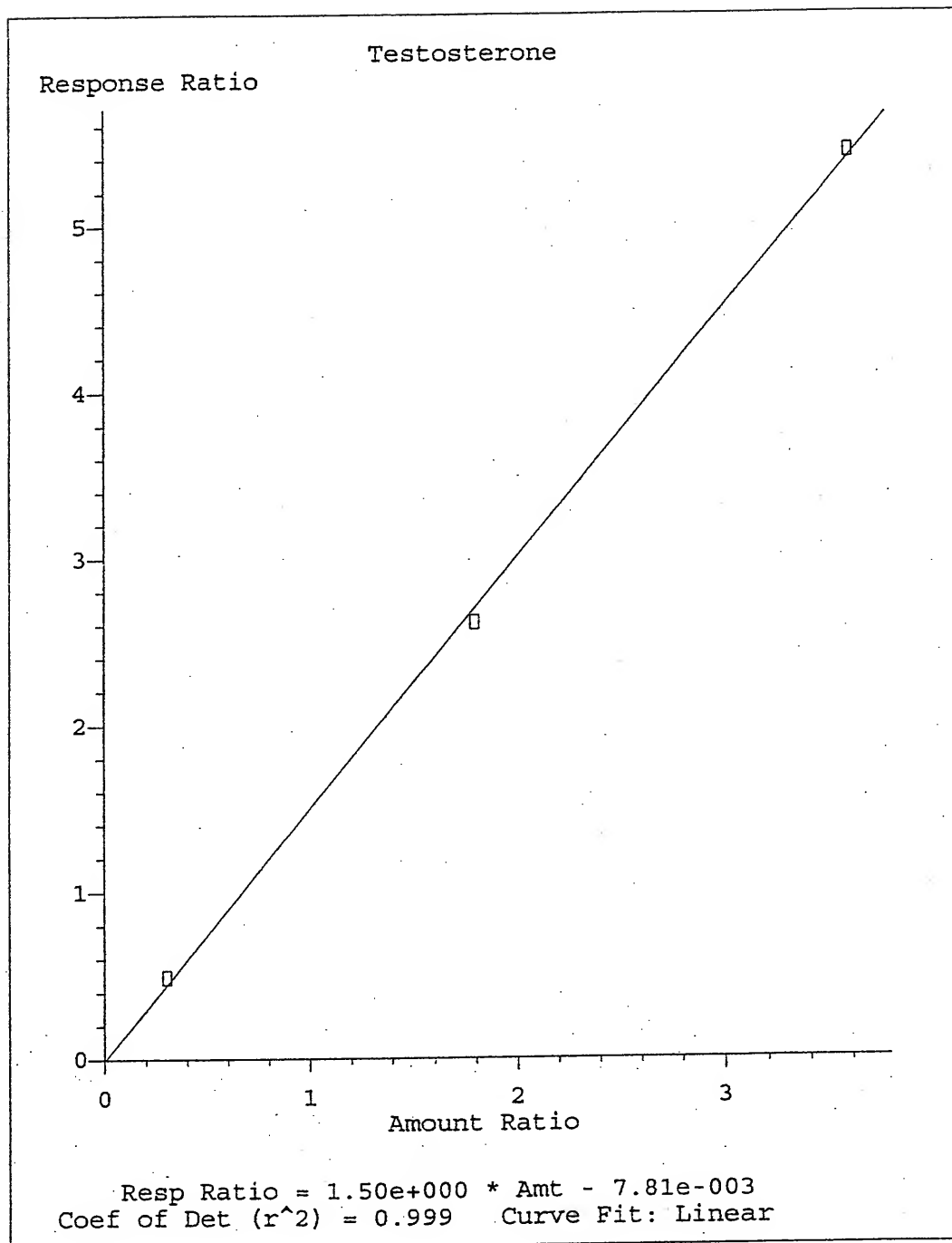
Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R1	MAN27	itms
2	Sample	2	TPTE	MAN27	TP TE 2
3	Sample	1	R2	MAN27	itms
4	Sample	3	BLUTE	MAN27	BLU TE
5	Sample	4	1780774A	MAN27	B 178/07 995474 TE
6	Sample	5	1780774B	MAN27	B 178/07 995474 TE
7	Sample	6	1780774C	MAN27	B 178/07 995474 TE
8	Sample	7	1780774S	MAN27	B 178/07 995474 ssh TE
9	Sample	1	R3	MAN27	itms
10	Sample	8	BLURTE	MAN27	BLU TE
11	Sample	9	REF1TE	MAN27	BLU + T30 E5
12	Sample	10	REF2TE	MAN27	BLU + T180 E30
13	Sample	11	REF3TE	MAN27	BLU + T360 E60
14	Sample	12	CQTE	MAN27	CQ TE 001

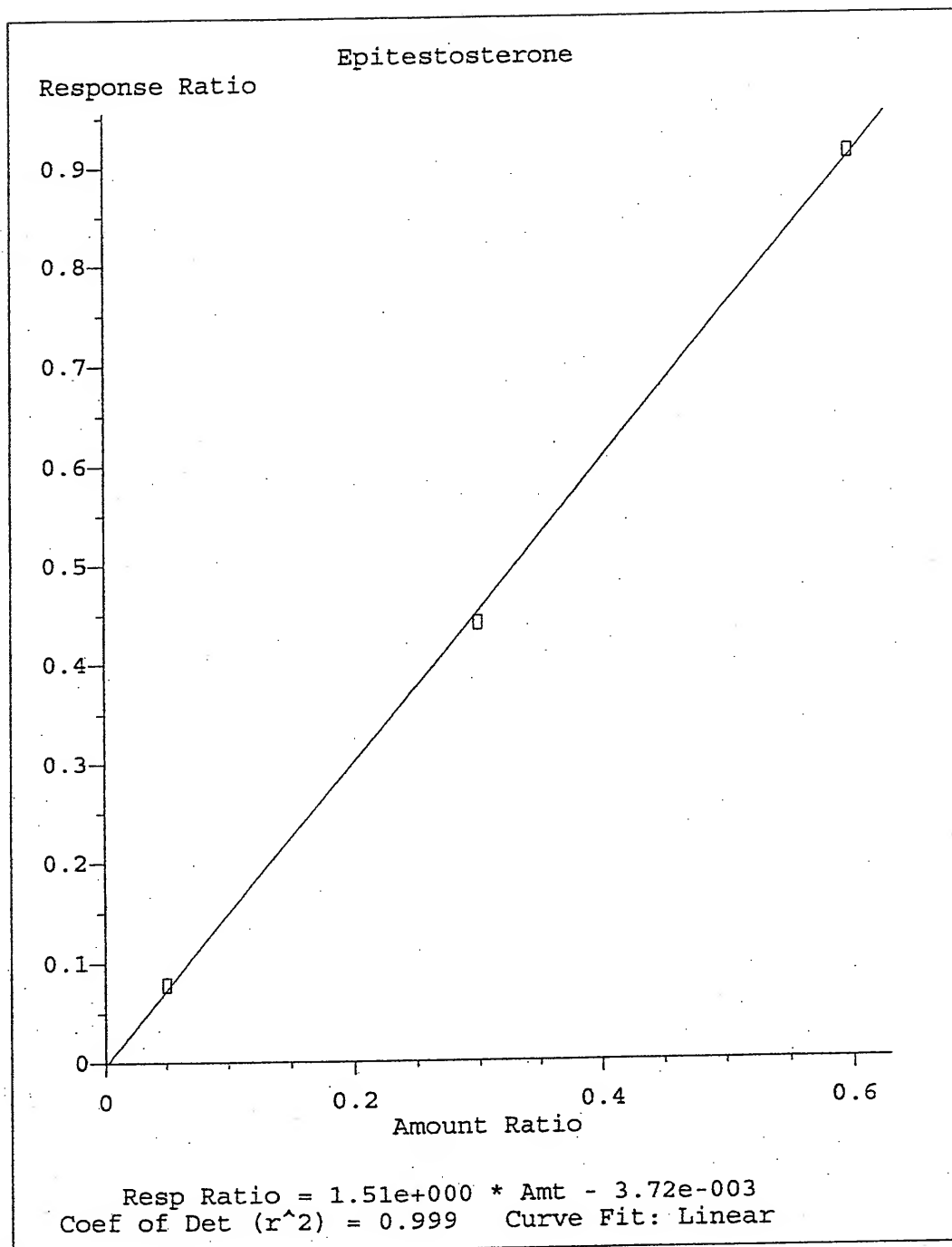
Séquence vérifiée par :23.....

Remarques :

.....



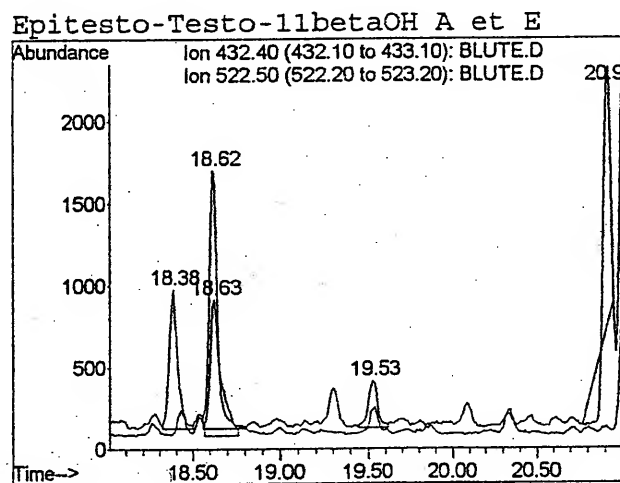
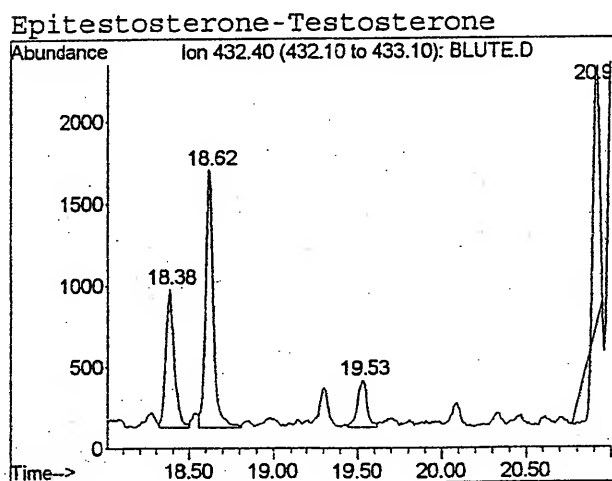
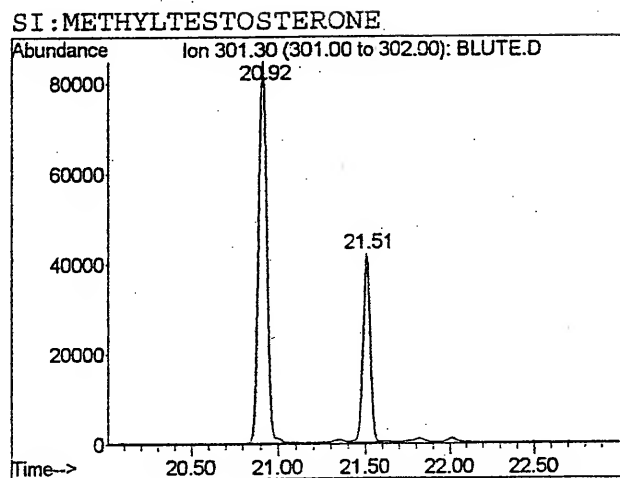
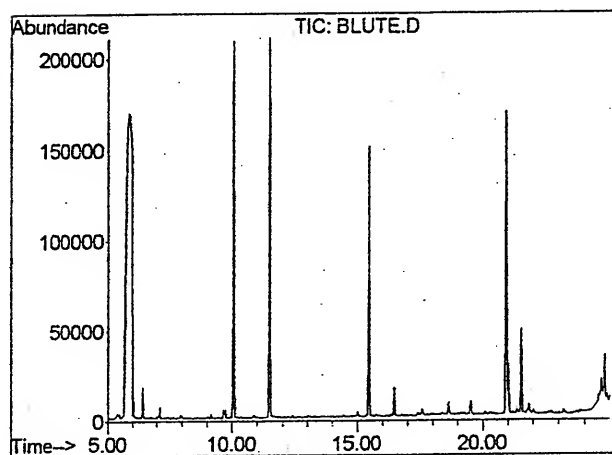
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

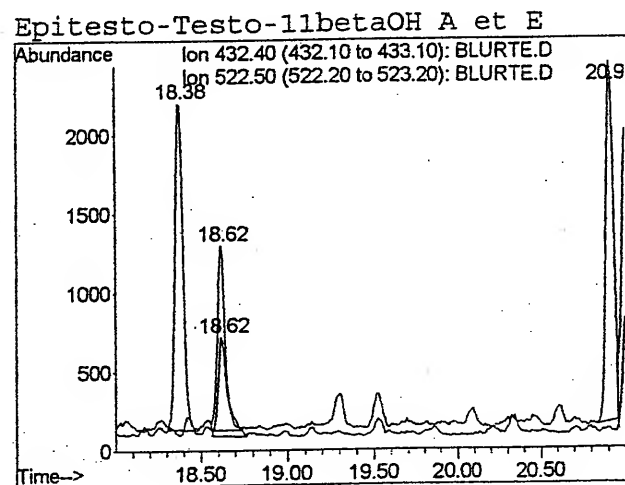
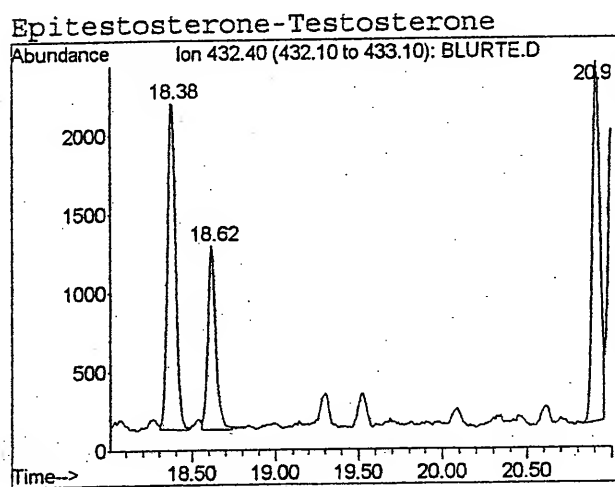
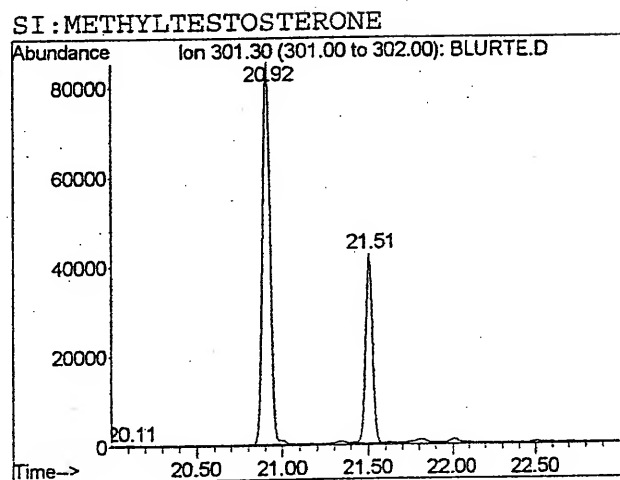
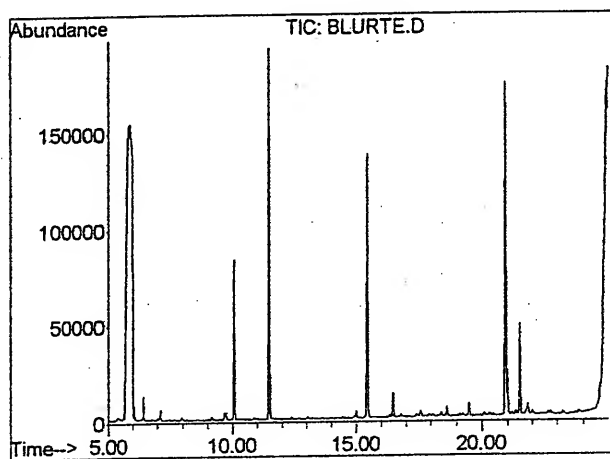
File: D:\Ms20\out06\0308\BLUTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:12
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU TE
Misc Info:
Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



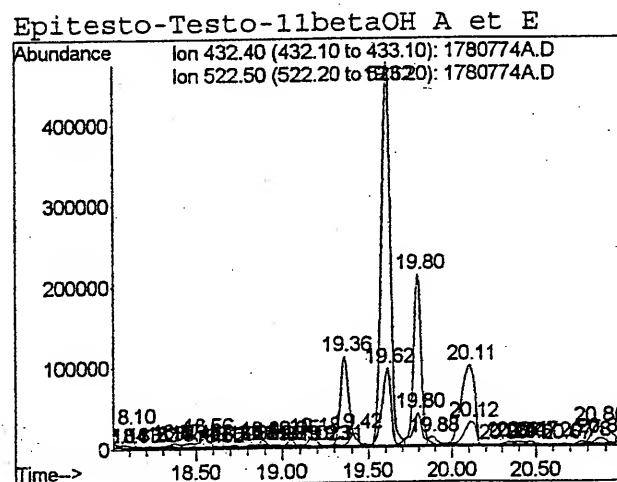
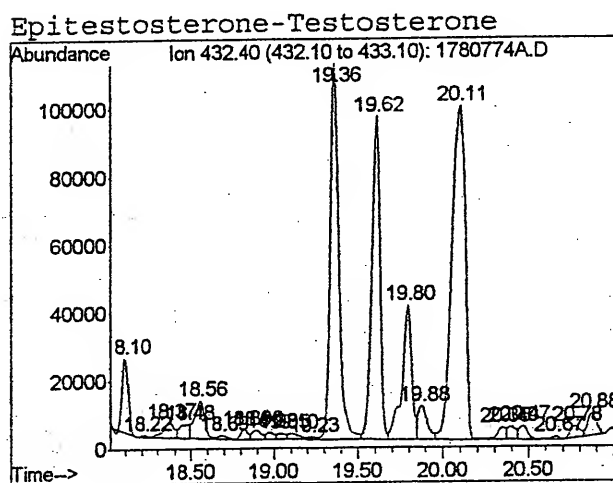
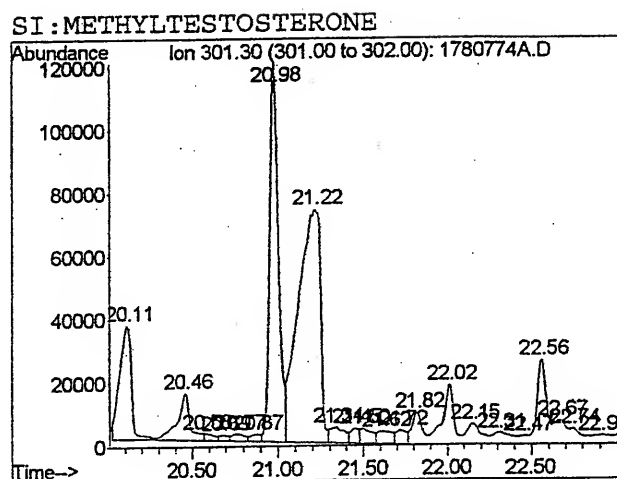
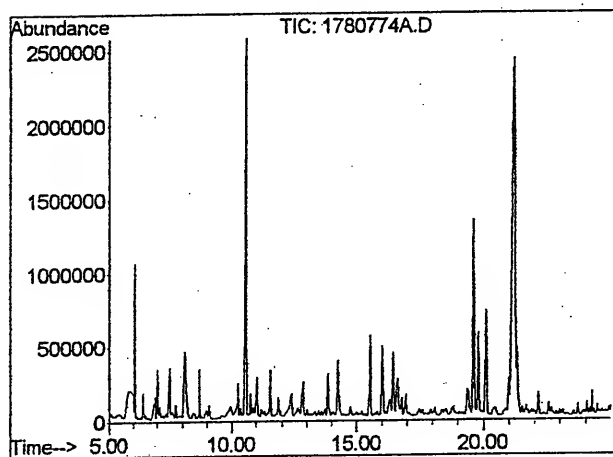
File: D:\Ms20\about06\0308\BLURTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU TE
Misc Info:
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 18:43
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 4

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774A.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 18:43
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 TE
Vial Number 4
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.98	301.3	Methyltestosterone	3971127	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	342595	5.94	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3733052	63.15	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.9	10.6

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774B.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 19:14
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 TE
Vial Number 5
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

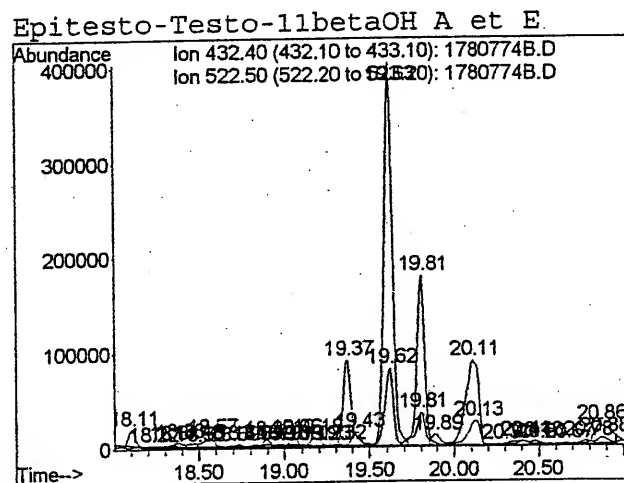
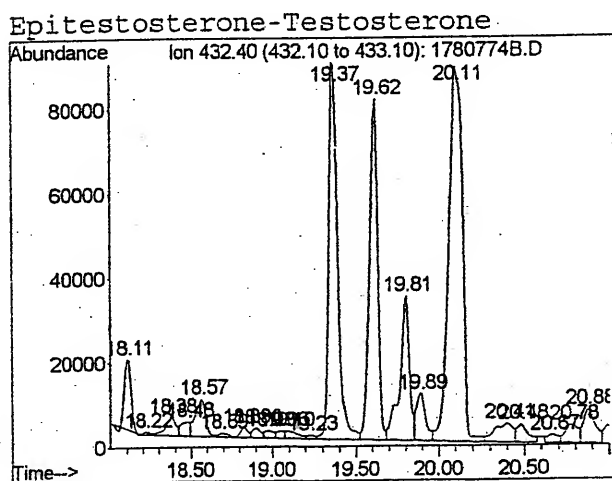
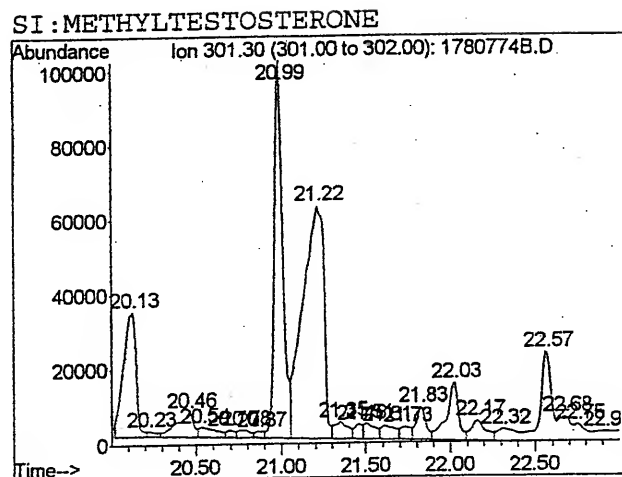
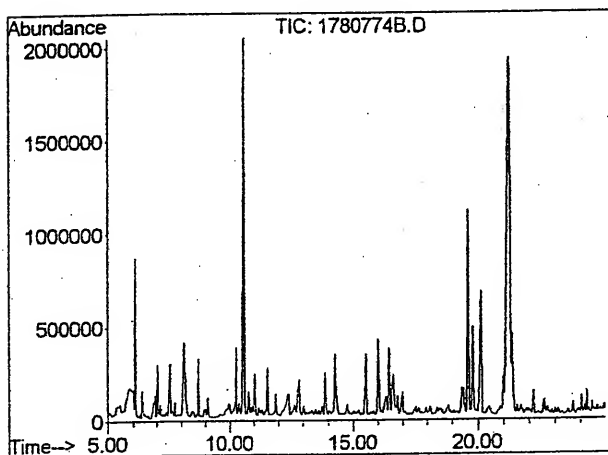
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.0	10.7

File: D:\Ms20\acout06\0308\1780774B.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:14
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 5

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774C.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 19:45
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 TE
Vial Number 6
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

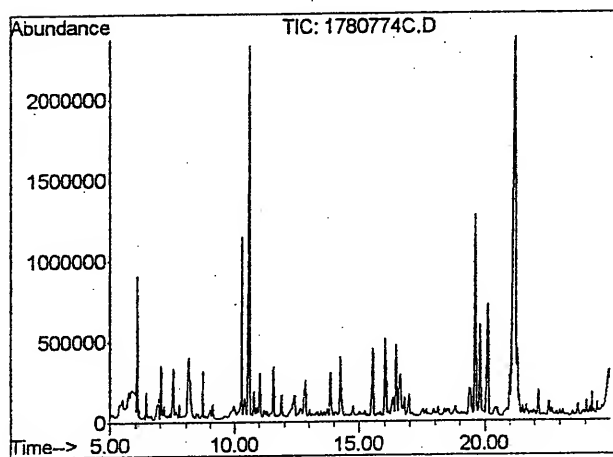
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	*	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/mL

Calcul du rapport T/E

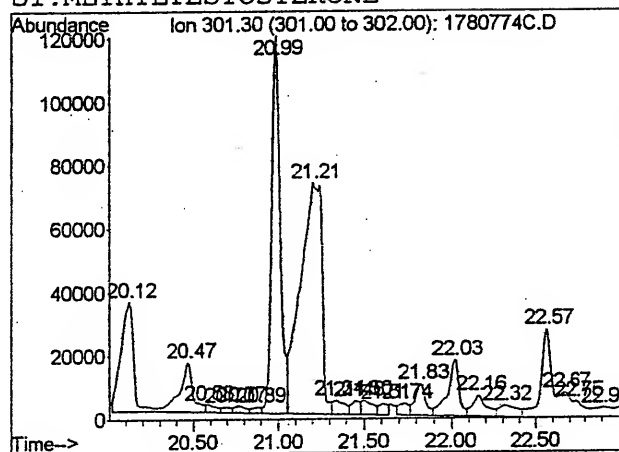
Surface	Concentration
11.1	10.8

File: D:\Msd20\out06\0308\1780774C.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:45
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 6

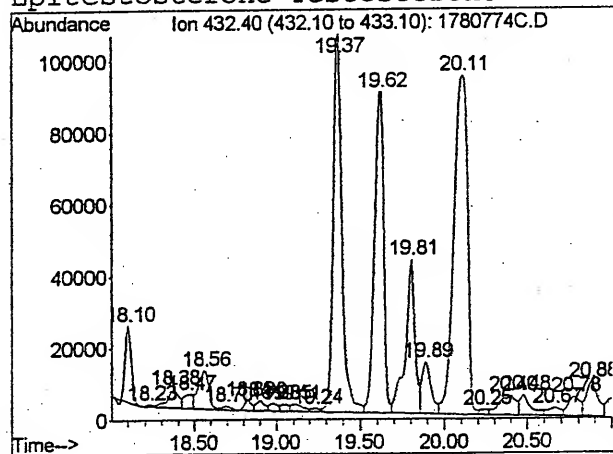
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



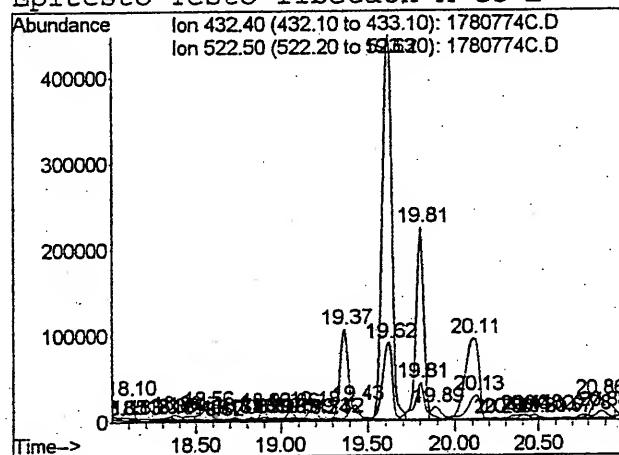
SI: METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone



Epitesto-Testo-11betaOH A et E



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774S.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 20:16
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 ssh TE
Vial Number 7
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

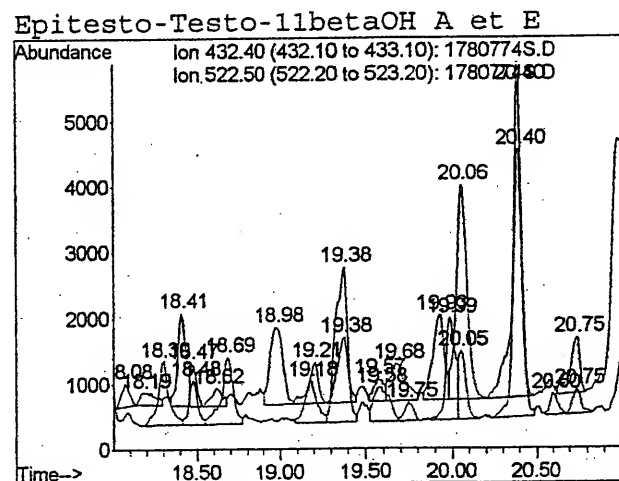
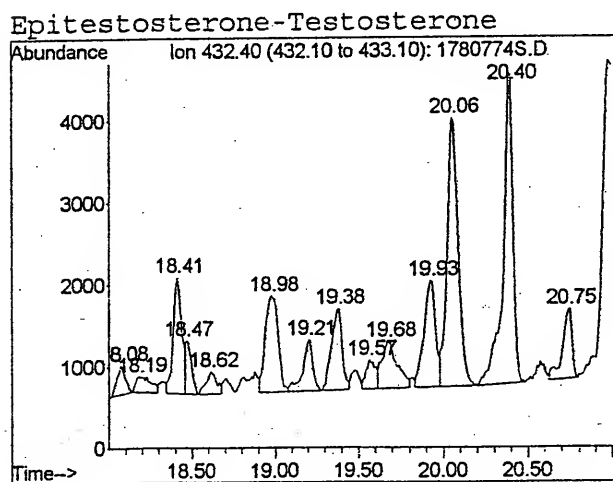
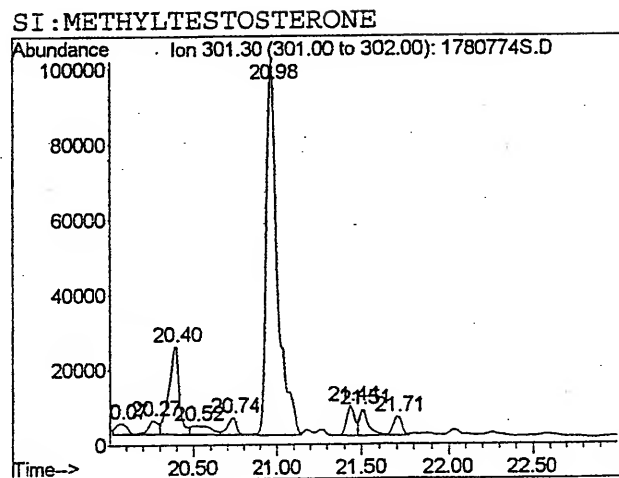
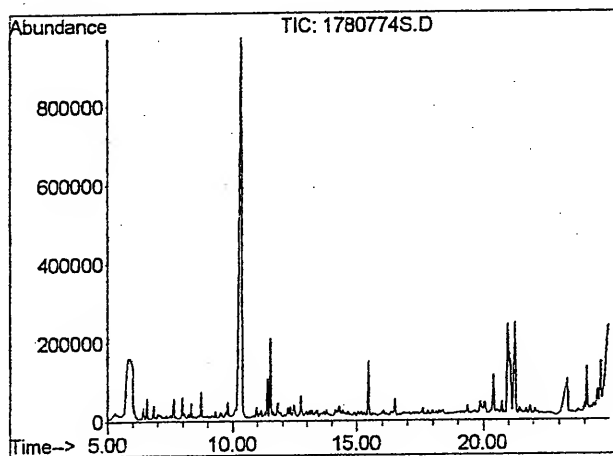
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
3.6	2.8

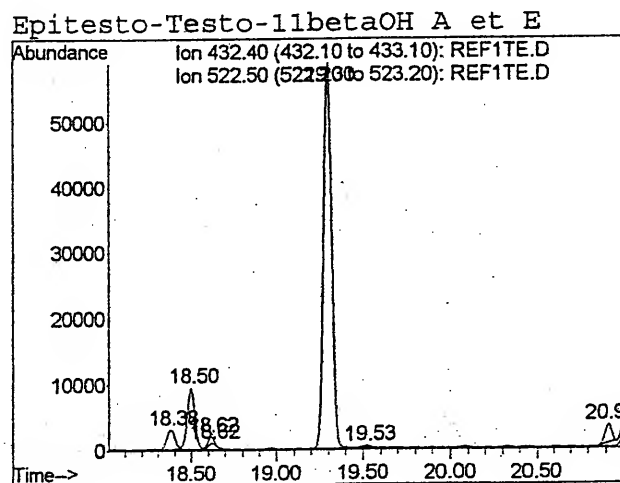
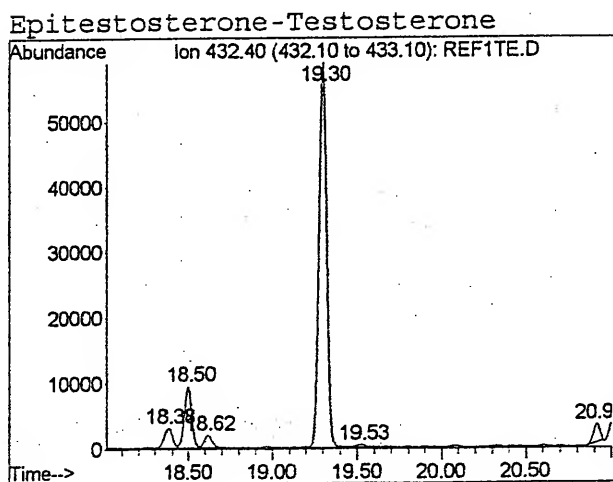
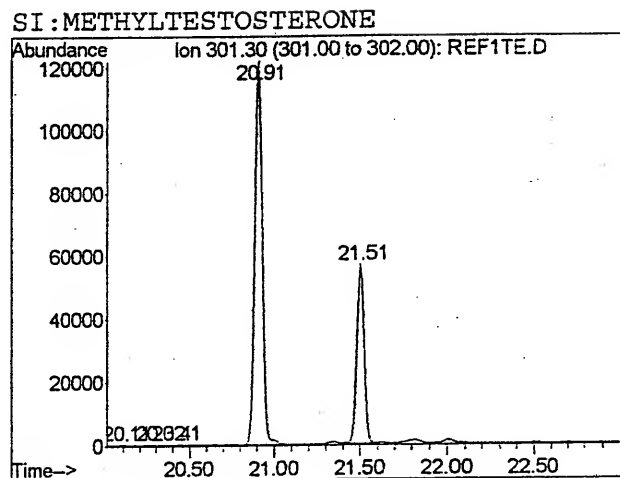
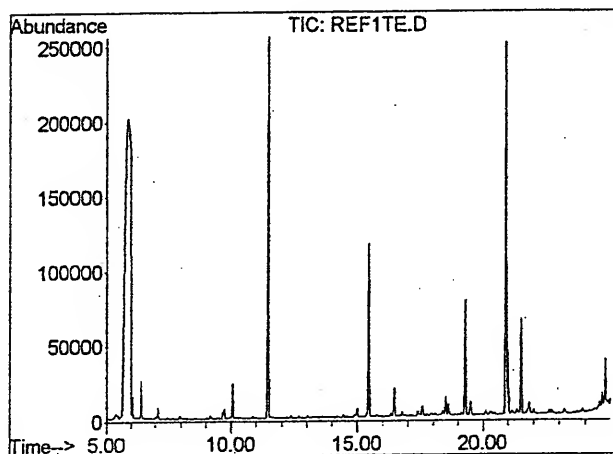
File: D:\Msd20\aut06\0308\1780774S.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE
 Misc Info:
 Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



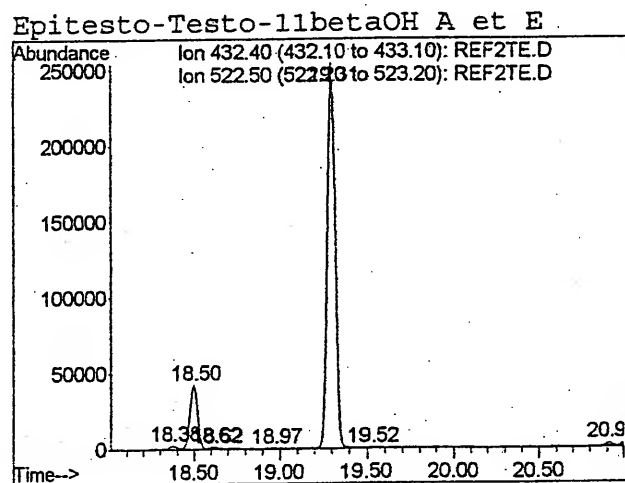
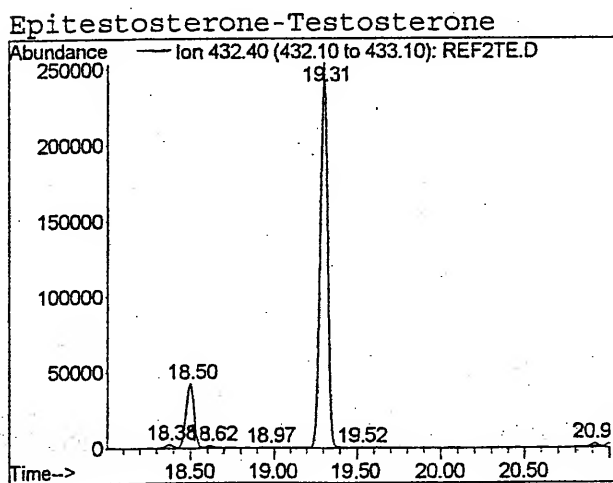
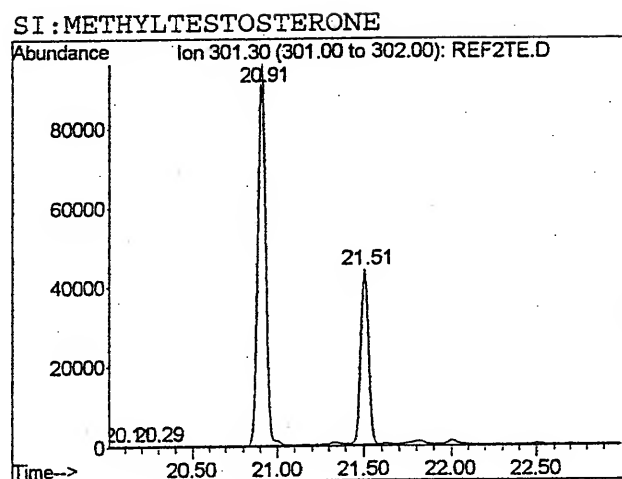
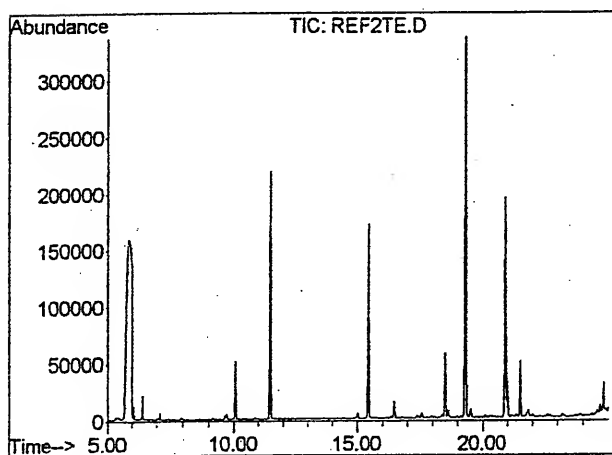
File: D:\Msd20\about06\0308\REF1TE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 21:49
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: BLU + T30 E5
 Misc Info:
 Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



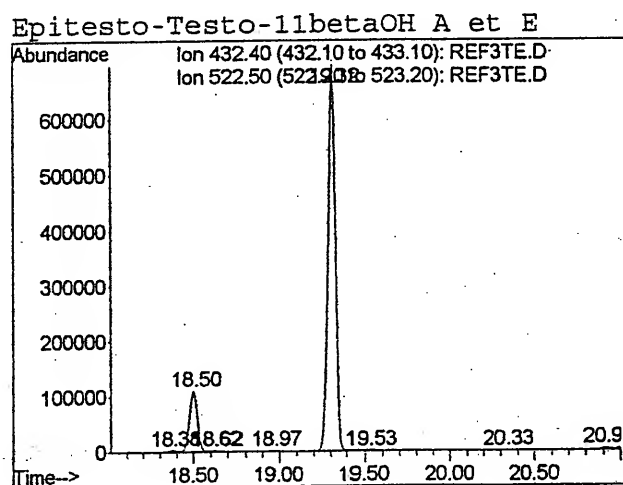
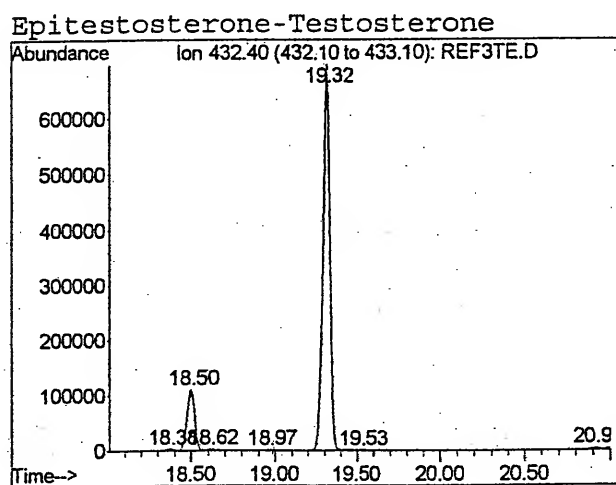
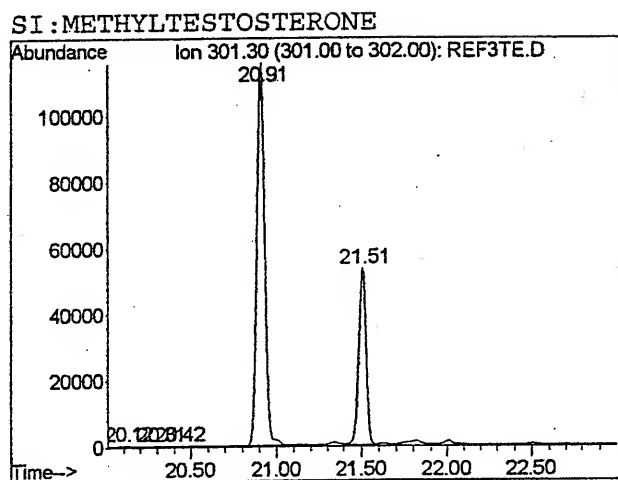
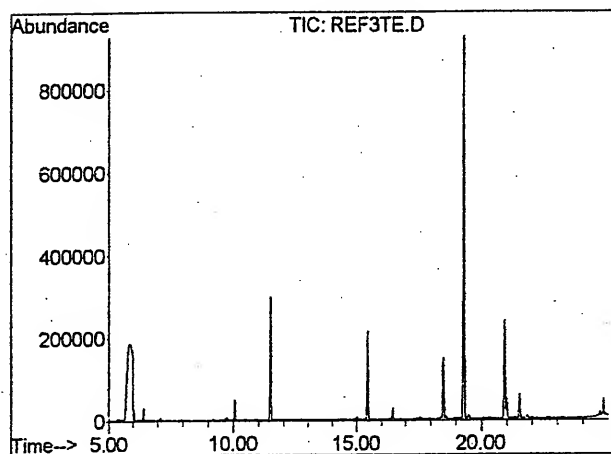
File: D:\Ms20\out06\0308\REF2TE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: BLU + T180 E30
 Misc Info:
 Vial Number : 10

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Ms20\out06\0308\REF3TE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 22:51
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: BLU + T360 E60
 Misc Info:
 Vial Number : 11

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



LNDD	ENREGISTREMENT	Code :	E-FCR-04B2
		Version :	A
		Date :	03/08/2006
		Page :	1/1
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E (trois aliquotes)			

Paraphe :

Echantillon : 478/07 994474 Dilution : 1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitestost : 432 Ion de quantification SI : 301

Concentration de la référence 1 : Testostérone: 30 Epitestostérone : 5 T/E théorique : 6
 Concentration de la référence 2 : Testostérone: 180 Epitestostérone : 30 T/E théorique : 6
 Concentration de la référence 3 : Testostérone: 360 Epitestostérone : 60 T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testostérone	Surface Epitestostérone
REF1 REF1TE	3782021	1845917	294592
REF2 REF2TE	3011193	7860237	1324358
REF3 REF3TE	3783290	20557109	3442296
1780774A	3971127	3733052	342595
1780774B	3356149	3079122	279871
1780774C	4098783	3670090	329392

RESULTAT DE L'ECHANTILLON

Fichier	Concentration Testostérone	Concentration Epitestostérone	Rapport T/E en surface
1780774A	63,2 ng/mL	5,9 ng/mL	10,9
1780774B	61,6 ng/mL	5,8 ng/mL	11,0
1780774C	60,2 ng/mL	5,6 ng/mL	11,1
Moyenne	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	11,0
Ecart type	1,5 ng/mL	0,2 ng/mL	0,1
Valeur finale	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	

Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface) : 4

Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%

Valeur basse du rapport T/E : 7.7

Résultat : Anormal : ☒

Valeur haute du rapport T/E : 14.3

Inclassable : ☐

Négatif : ☐

Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1.025
Numéro du réfractomètre	9
Densité corrigée :	1.025
Facteur de correction	0.74
Concentration corrigée de Testostérone	45.7 ng/mL
Concentration corrigée d'Epitestostérone	4.2 ng/mL

PARAPHE

E

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : *MSD 20*

Date : *03/08/06*

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD / 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),
44/69 (CO2) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme - Fichier : *TPTE*
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :
TP conforme - Fichier :

Oui Non

<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

Code opérateur et paraphe :

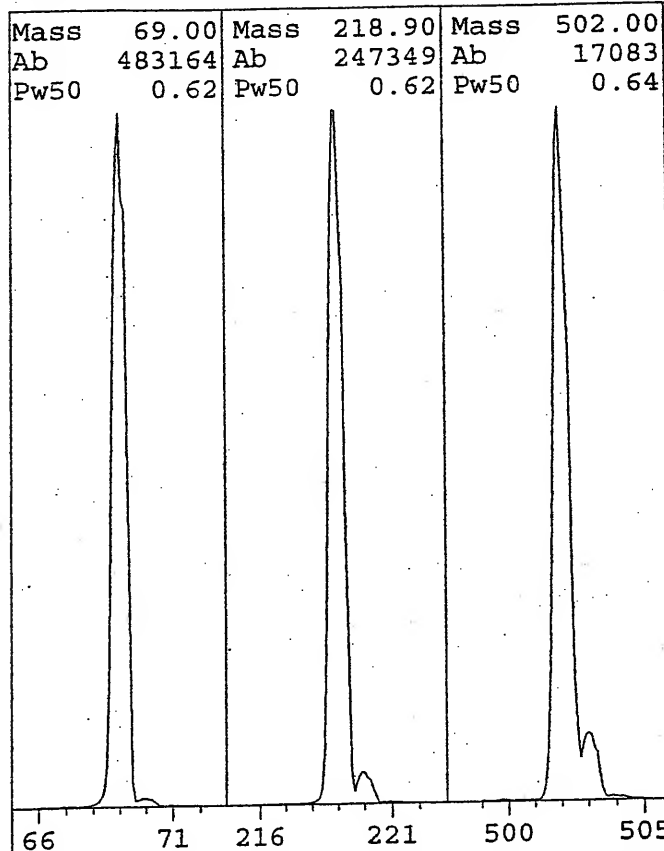
(23) *[Signature]*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

5973 Autotune

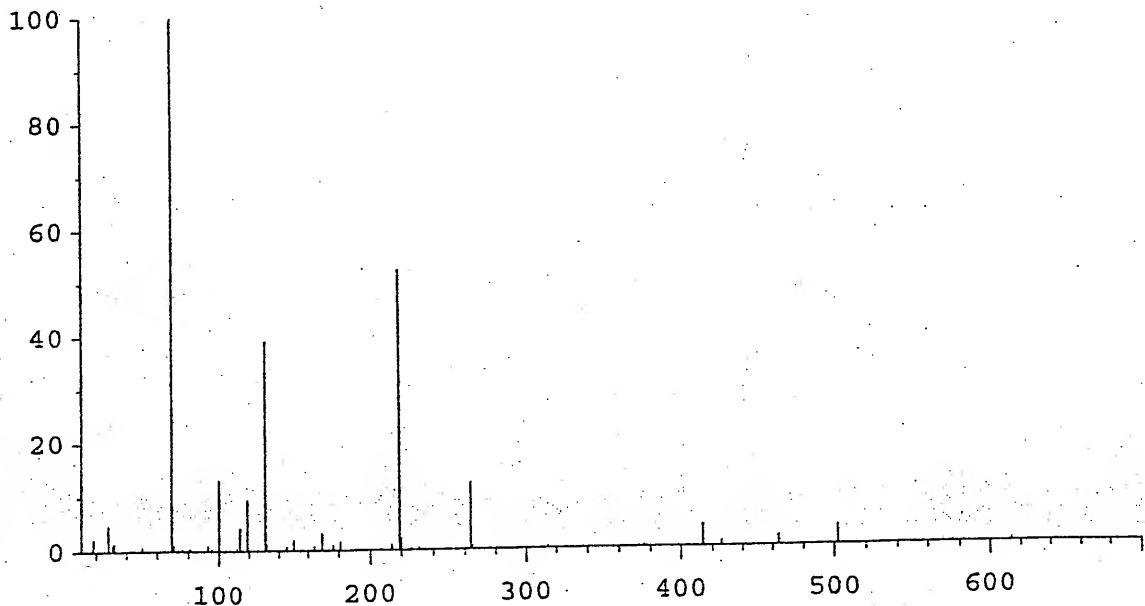
Instrument: MSD 20
Thu Aug 03 16:00:37 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



Ion Pol POS MassGain 397
MassOffs -10
Emission 34.6 AmuGain 2576
EleEnergy 69.9 AmuOffs 127
Filament 1 Wid219 -0.018
DC Pol NEG
Repeller 30.46
IonFocus 90.2 HED ON
EntLens 11.5 EMVolts 1353
EntOffs 19.33
PFTBA OPEN Samples 8
Averages 3
StepSize 0.10
Zones:
MS Source 230 Foreline 59
MS Quad 150

Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
166 peaks Base: 69.00 Abundance: 439872



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	439872	100.00	70.00	5101	1.16
219.00	230080	52.31	220.00	10123	4.40
502.00	15730	3.58	502.90	1442	9.17

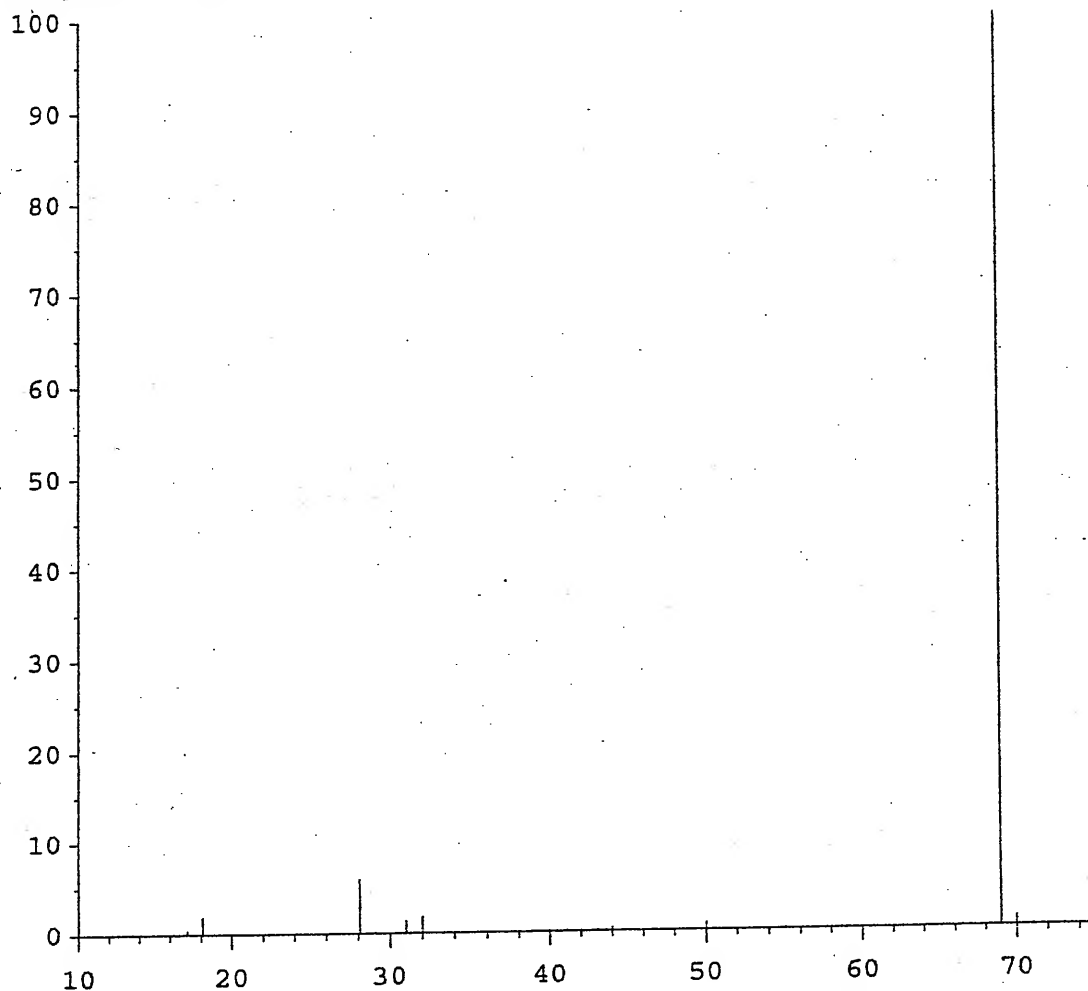
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD 20

Thu Aug 03 16:05:12 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
64 peaks Base: 69.00 Abundance: 570752



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	570752	100.00	70.00	6224	1.09
18.10	11166	1.96	19.00	68	0.61
28.10	33960	5.95	29.10	901	2.65

Current Params used:

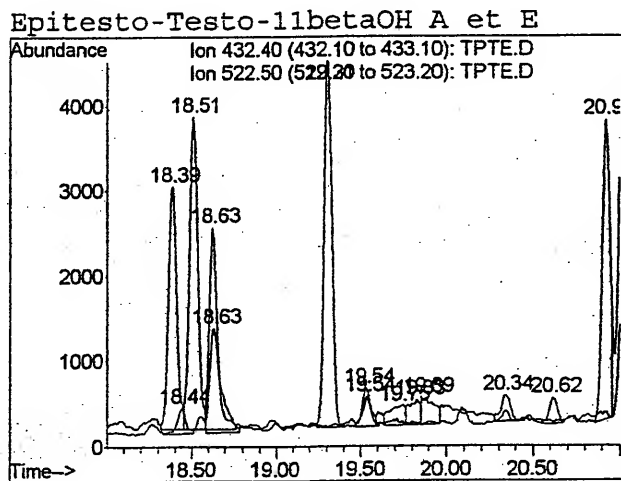
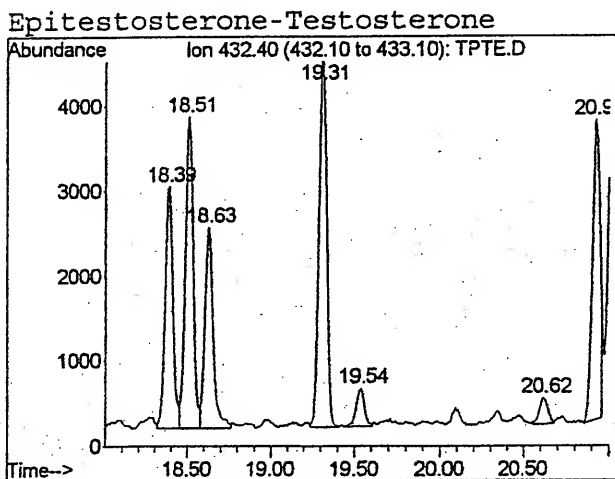
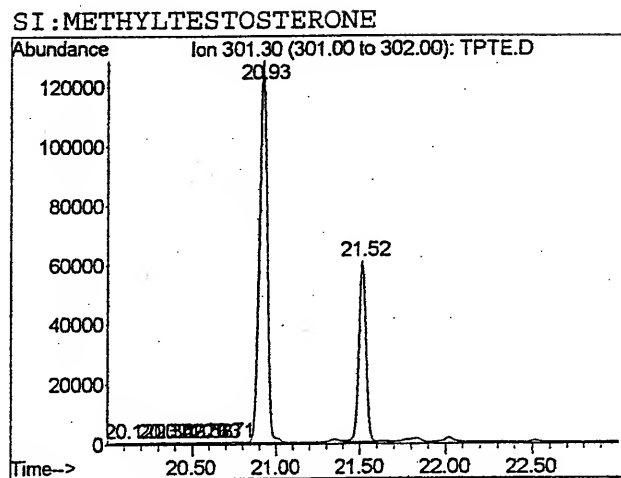
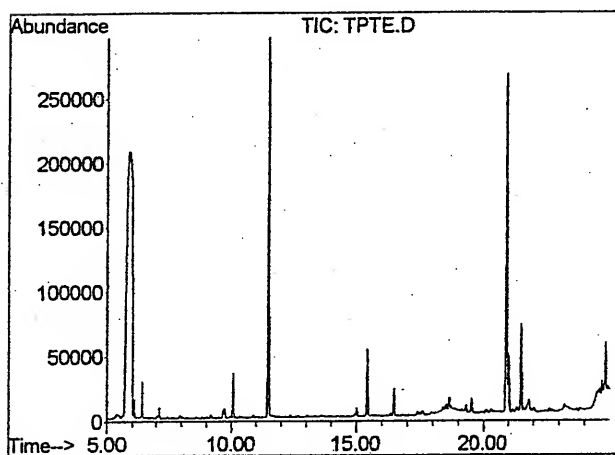
Rep = 30.5 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.96	Water%
28/69 = 5.95	Nitrogen%
32/69 = 1.86	Oxygen%
44/69 = 0.40	Carbon Dioxide%
28/18 = 304.14	Nitrogen/Water%


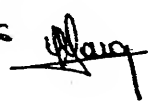
File: D:\MSD20\AOUT06\0308\TPTE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 17:10
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: TP TE 2
 Misc Info:
 Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



SECTION 2.2

Confirmation analysis by GC/C/IRMS

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES		
ECHANTILLON		
N° de laboratoire :	<u>A8104</u>	N° échantillon : <u>B995474</u>
Produit(s) confirmé(s) :	<u>Analyse Isotopique ¹³C/¹²C</u>	
pH mesuré en conf :	<u>5.2</u>	Densité affichée en conf : <u>1.025</u>
		Réfractomètre n° : <u>2</u>
		* Densité corrigée : <u>1.025</u>
CONFIRMATION QUALITATIVE		
Essai n° :	<u>EC 31</u>	
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX- 24</u>	Version : <u>C</u>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN- 52141</u>	Version : <u>A/B</u>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/> CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/> Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE		
Essai n° :	<u>EC</u>	
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX-</u>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/> CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<input type="text"/>	
* Concentration corrigée :	<input type="text"/>	
CONFIRMATION QUANTITATIVE		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/> IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<input type="text"/>	
* Seuil corrigé :	<input type="text"/>	
DEPISTAGE RAPIDE		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <u>26</u>	Code opérateur du responsable : <u>49</u>	
Date et paraphe : <u>05/03/06</u> 	Date et paraphe : <u>05/03/06</u> 	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>		
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée : <input type="text"/>		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

USADA 0294

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

APPLICABLE le
19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine desséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dérivier le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

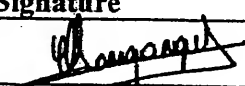


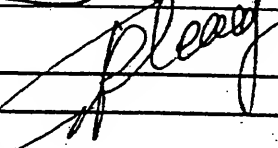
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

SPECIMEN

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

178107 B 995 474

Sexe :

M

X

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

03/08/06

Heure :

9h12

Prise d'essai:

Volume:

30 mL

Heure:

11h03

Paraphe:

Ref

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	03/08/06	pHmet n° : 4	21,8	5,18	Ref
Densité	03/08/06	Refract n° : 2		1,025	Ref

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1.023

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :

Ref

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	03/08/06	11h26		Rapid Trace : RTORJ	Ref
	03/08/06		13h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	03/08/06	13h03	13h48	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Hydrolyse	03/08/06	13h55		Code du tampon : p1165 TPA 2.07	Ref
	03/08/06		14h57	DLU* de la β Glu : 01.08.06 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	03/08/06	15h10		Rapid Trace : RTORJ	Ref
	03/08/06		16h52		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	03/08/06	16h55	18h00	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	03/08/06	18h05		DLU* Anhydride acétique R.11.08 DLU* Pyridine 10/2006	Ref
	04/08/06		9h14	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	04/08/06	9h14	9h20	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	04/08/06	9h23		Rapid Trace : 2702D	Ref
	04/08/06		10h49		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	04/08/06	10h52	12h50	Bain à sec (BSE) : H4	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI,	04/08/06	12h55		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	Ref
Mise en vial	04/08/06		13h05	002F	
Evaporation	04/08/06	13h09		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	04/08/06		13h18		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	3	10	3
Volume hexane (µl)	100	400	100

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	13h20			Ref
Injection CG/MS	04/08/06	13h22		MSD 22	Ref
	04/08/06		16h40		
Ajout du SI si nécessaire	04/08/06	16h45		Code du SI (200ng/μL) : H67-034	Ref
Evaporation	04/08/06	18h50	18h55	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	13	85	7
Volume final hexane (μl)	150	850	45

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	04/08/06	16h58			Bef
Injection GC/C/IRMS	04/08/06	17h00		ISOPRIME 1	Bef

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

----- TOPLEVEL PARAMETERS -----

Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Method Sections To Run:

() Save Copy of Method With Data
() MSTOP Pre-Run Cmd/Macro =
() Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
() Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
(X) Data Acquisition
(X) Data Analysis
() MSTOP Post-Run Cmd/Macro =
() Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
() Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

This is the default method

END OF TOPLEVEL PARAMETERS

----- INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS -----

===== 6890 GC METHOD =====

OVEN

Initial temp: 70 'C (On) Maximum temp: 325 'C
Initial time: 1.00 min Equilibration time: 0.50 min
Ramps:
Rate Final temp Final time
1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
3 0.0(Off)
Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
Run time: 25.67 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Splitless
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 145.0 kPa (On)
Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
Total flow: 25.4 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)

COLUMN 1

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091s-433
Max temperature: 325 'C
Nominal length: 30.0 m
Nominal diameter: 250.00 um
Nominal film thickness: 0.25 um
Mode: constant pressure
Pressure: 145.0 kPa
Nominal initial flow: 2.3 mL/min
Average velocity: 56 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

COLUMN 2

(not installed)

FRONT DETECTOR ()

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
 Type: test plot
 Save Data: Off
 Zero: 0.0 (Off)
 Range: 0
 Fast Peaks: Off
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 1

(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
 Description:
 Initial temp: 300 'C (On)
 Initial time: 0.00 min
 # Rate Final temp Final time
 1 0.0(Off)

TIME TABLE

Time Specifier

BACK DETECTOR ()

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
 Type: test plot
 Save Data: Off
 Zero: 0.0 (Off)
 Range: 0
 Fast Peaks: Off
 Attenuation: 0

COLUMN COMP 2

(No Detectors Installed)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes 0
 Sample Pumps 3
 Injection Volume 1.0 microliters
 Syringe Size 10.0 microliters
 PostInj Solvent A Washes 3
 PostInj Solvent B Washes 3
 Viscosity Delay 3 seconds
 Plunger Speed Fast
 PreInjection Dwell 0.00 minutes
 PostInjection Dwell 0.00 minutes

Back Injector:

0 parameters specified

Column 1 Inventory Number : ?

Column 2 Inventory Number :

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
 Acquisition Mode : Scan

MS Information

Solvent Delay : 9.00 min

M Absolute : False
 M Offset : 0
 Resulting EM Voltage : 1905.9

Scan Parameters]

Low Mass : 50.0

Method: MAN_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 2

High Mass : 550.0
Threshold : 150
Sample # : 2 A/D Samples 4
Plot 2 low mass : 50.0
Plot 2 high mass : 550.0

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
C:\temp\IRMS.L 90

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Method: MAN_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 3

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent

Non-Reference Window: 5.00 Percent

Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

*** Empty Quantitation Database ***

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Additional Information for STER1FS.M
File created Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Fri Mar 05 17:08:58 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FSKETO.M
Tue Apr 20 14:52:43 2004

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M
Renamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Wed Nov 09 18:43:55 2005

Method: MAN_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 5

USADA 0307

78

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2006\Aout06\0408.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run

(X) Full Method

() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch

(X) Inject Anyway

() Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1) Calibration	1	
		Datafile 0408MixAc01
		Method MAN_52
2) Blank	2	blulf3 MAN_52 Blu 1 F3
3) Sample	3	
		Datafile 17807474f3
		Method MAN_52
4) Blank	4	blulf1 MAN_52 Blu 1 F1
5) Sample	5	
		Datafile 17807474f1
		Method MAN_52
6) Blank	6	blulf2 MAN_52 Blu 1 F2
7) Sample	7	
		Datafile 17807474f2
		Method MAN_52

Séquence vérifiée par : 26

Remarques :

.....

D:\Msd22\Aout06\0408\0408MixAc01.D

Data File Name 0408MixAc01.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\

Operator 26

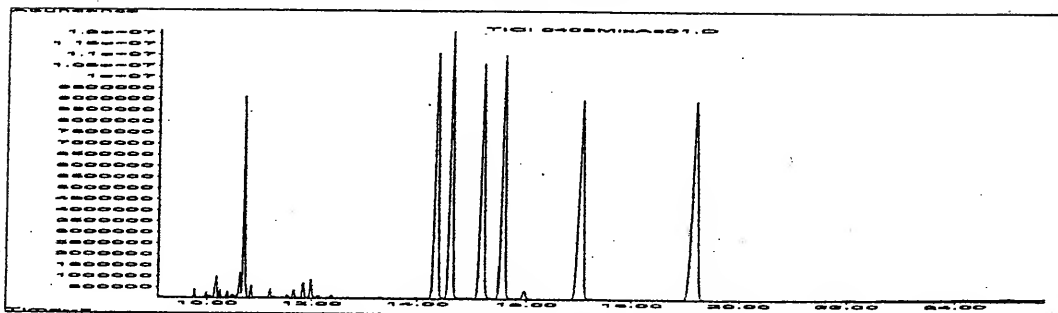
Date Acquired 8/4/2006 9:43

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Mix Ac 50

Vial Number 1

Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocholanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KetoEtiocholanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

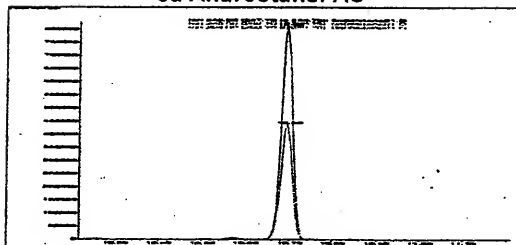
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocholanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

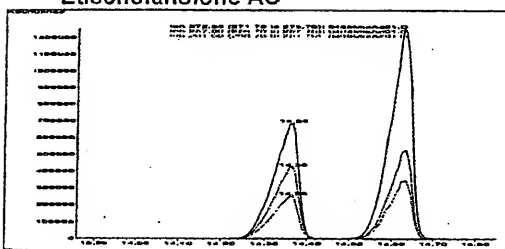
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55.3
Etiocholanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0

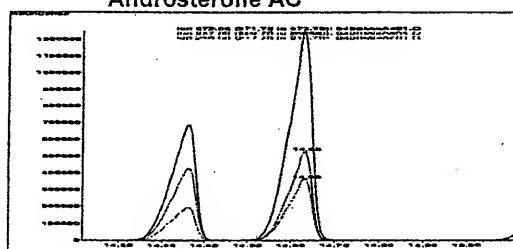
5a Androstanol AC



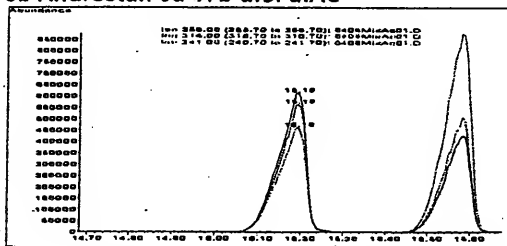
Etiocholanolone AC



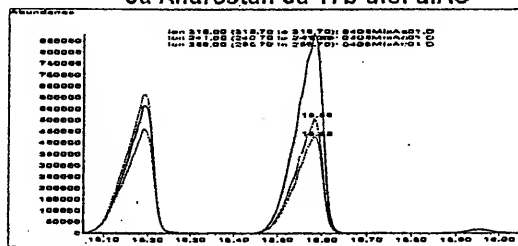
Androsterone AC



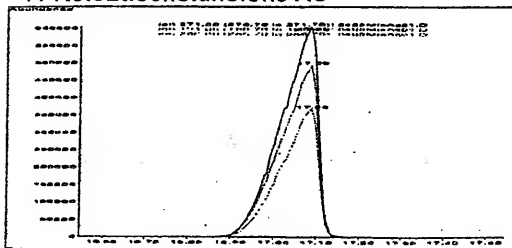
5b Androstan 3a 17b diol diAC



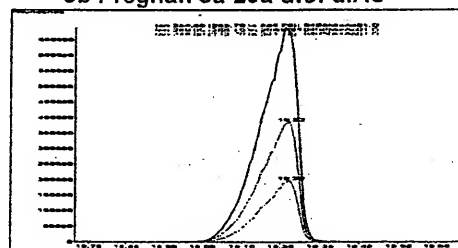
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

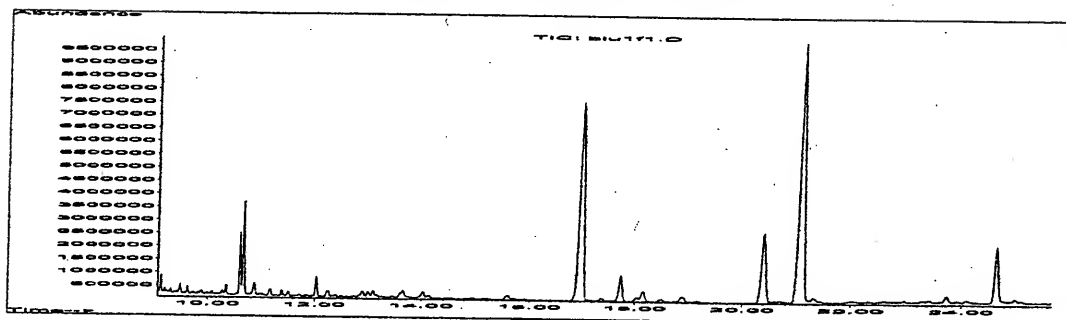


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f1.D

Data File Name blu1f1.D
 Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
 Operator 26
 Date Acquired 8/4/2006 14:26
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F1
 Vial Number 4
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,520,561
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.01	1.594	271	27,855,670
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

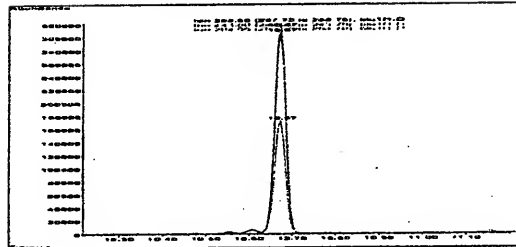
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

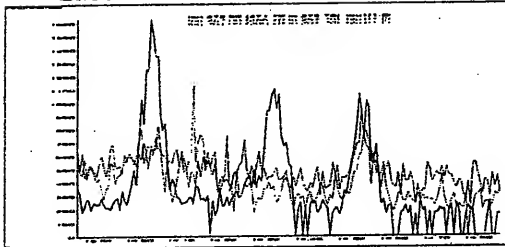
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,105,342	56.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

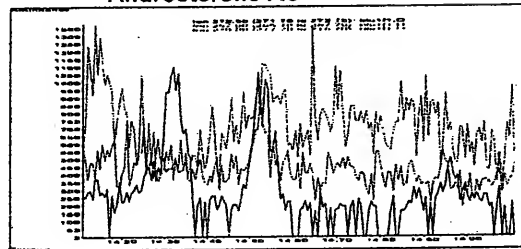
5a Androstanol AC



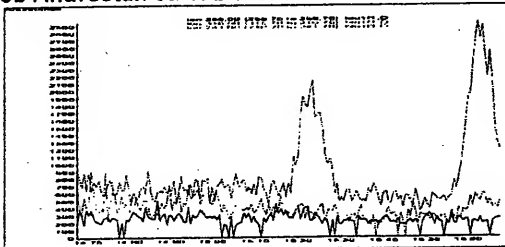
Etiocholanolone AC



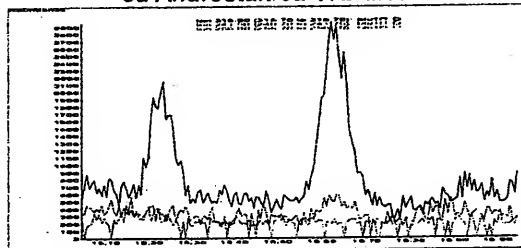
Androsterone AC



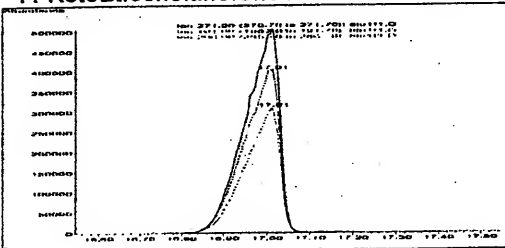
5b Androstan 3a 17b diol diAC



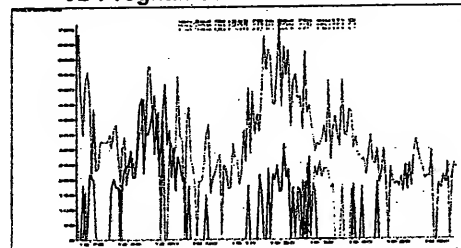
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

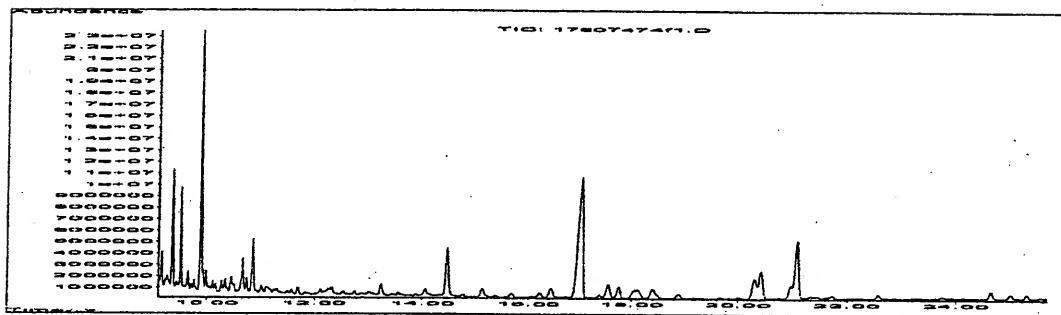


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\Aout06\0408\17807474f1.D

Data File Name 17807474f1.D
 Data File Path D:\MsD22\Aout06\0408\
 Operator 26
 Date Acquired 8/4/2006 14:59
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name 178/07 B995474 F1
 Vial Number 5
 Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

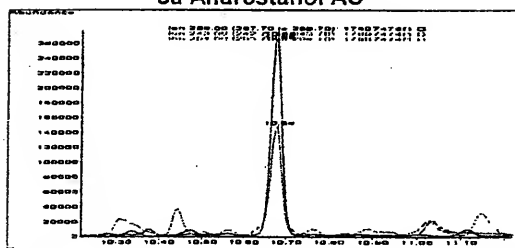
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

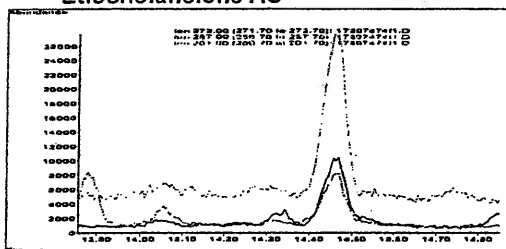
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

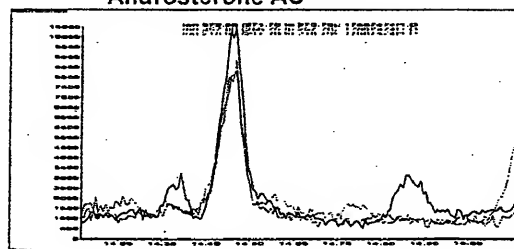
5a Androstanol AC



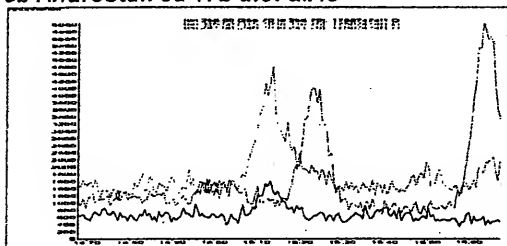
Etiocholanolone AC



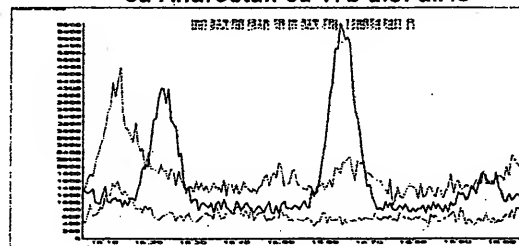
Androsterone AC



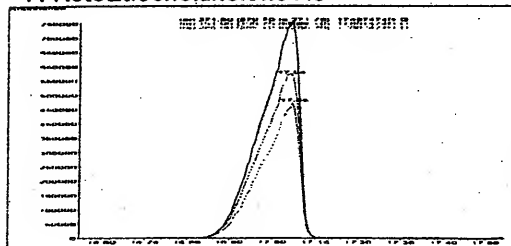
5b Androstan 3a 17b diol diAC



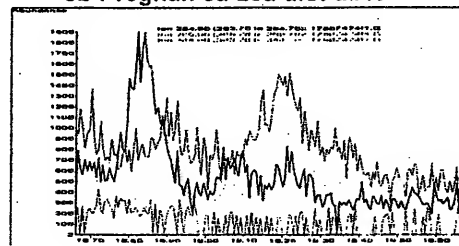
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name blu1f2.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\

Operator 26

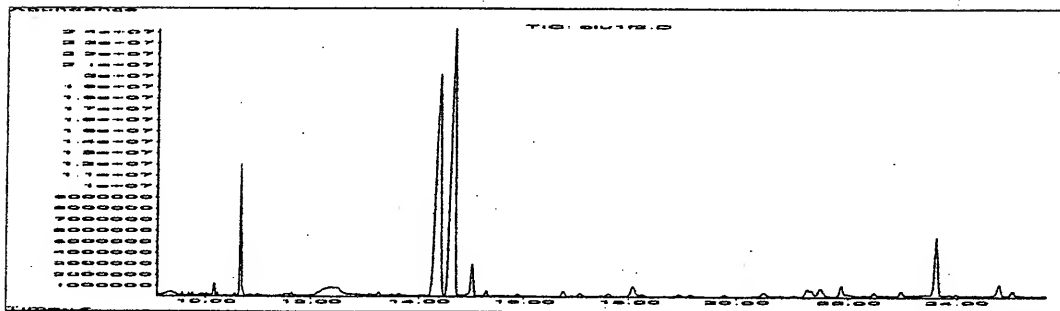
Date Acquired 8/4/2006 15:31

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 6

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL

Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

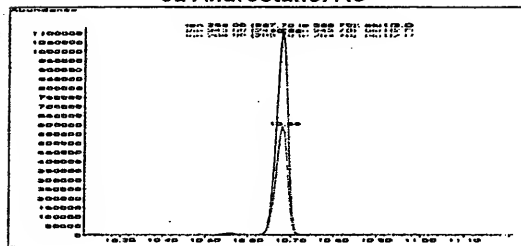
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

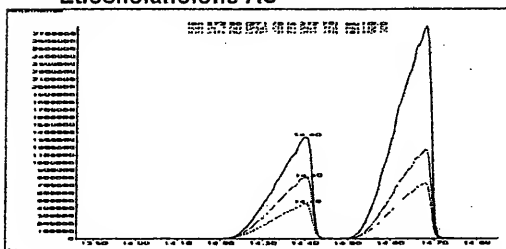
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35.5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

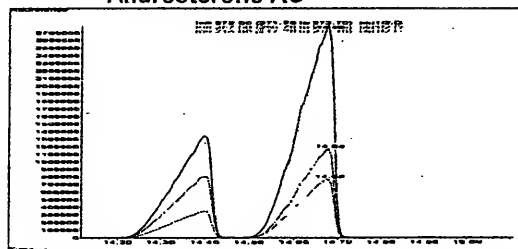
5a Androstanol AC



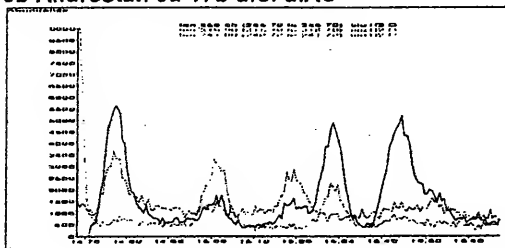
Etiocholanolone AC



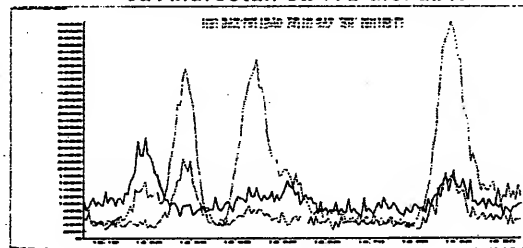
Androsterone AC



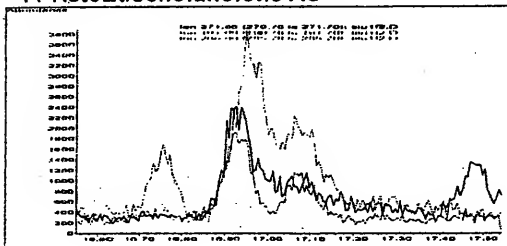
5b Androstan 3a 17b diol diAC



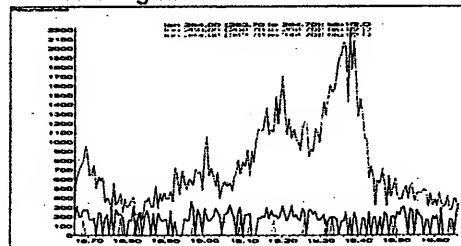
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\Aout06\0408\17807474f2.D

Data File Name 17807474f2.D

Data File Path D:\MsD22\Aout06\0408\

Operator 26

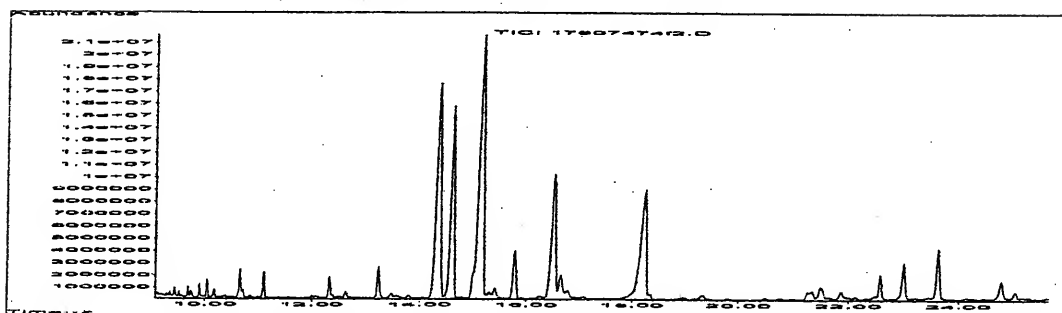
Date Acquired 8/4/2006 16:03

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

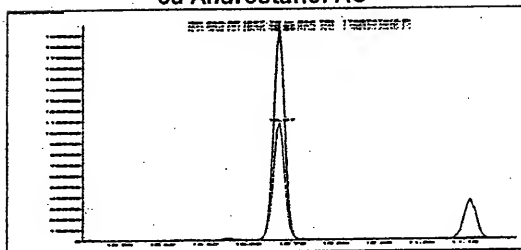
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

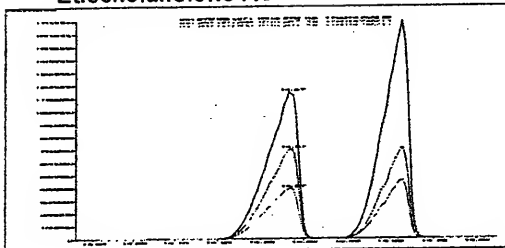
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

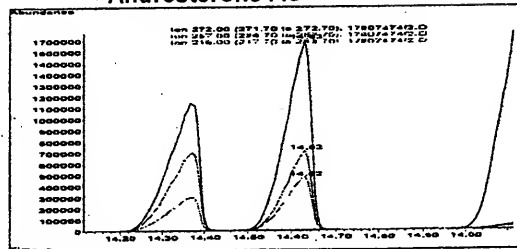
5a Androstanol AC



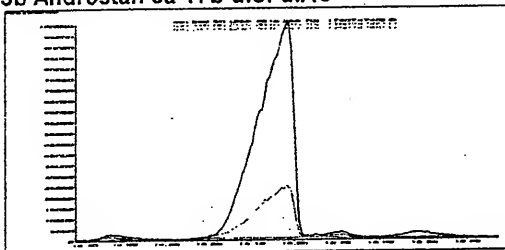
Etiocholanolone AC



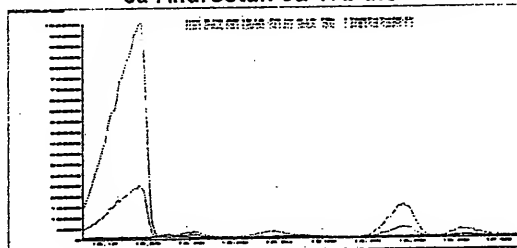
Androsterone AC



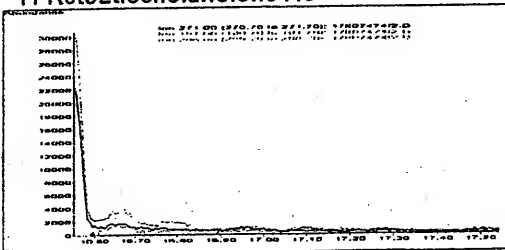
5b Androstan 3a 17b diol diAC



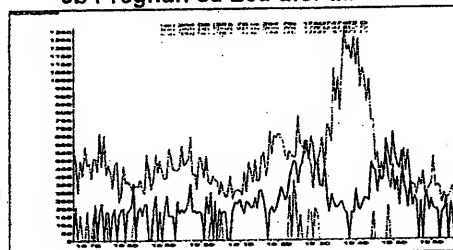
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D

Data File Name blu1f3.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\

Operator 26

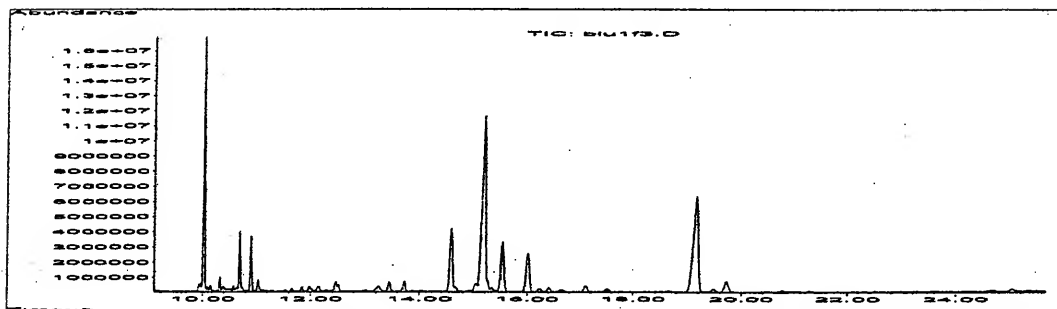
Date Acquired 8/4/2006 13:22

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F3

Vial Number 2

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	5,912,258
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.17	1.793	284	28,874,790

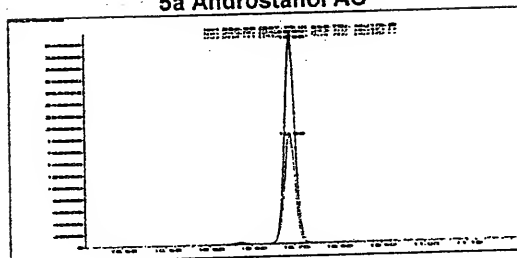
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16,189,201	56.1

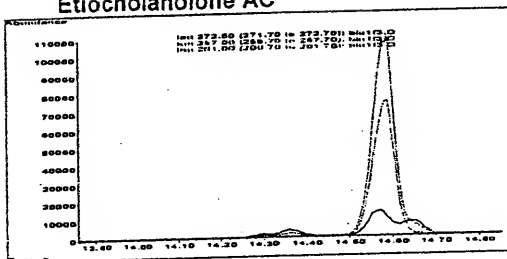
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27.8

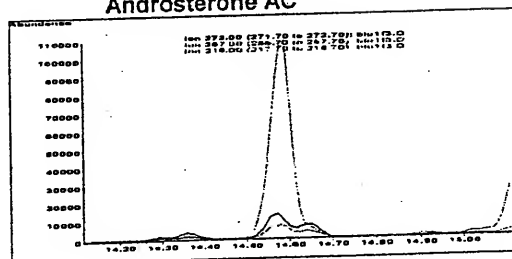
5a Androstanol AC



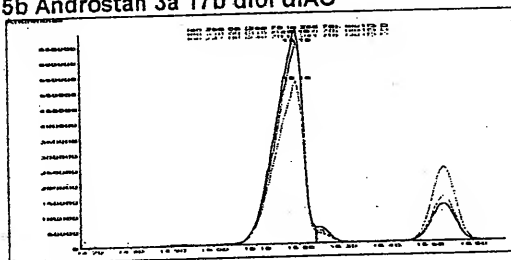
Etiocholanolone AC



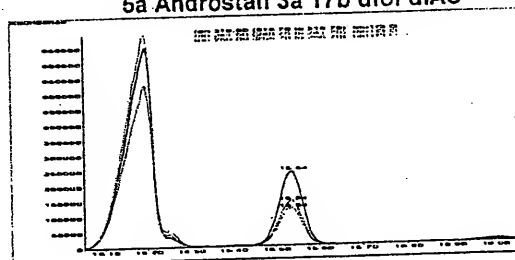
Androsterone AC



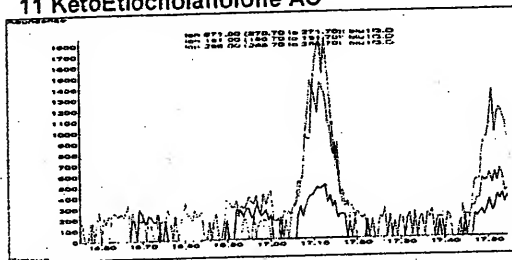
5b Androstan 3a 17b diol diAC



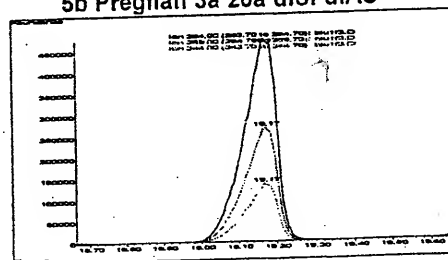
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MSd22\Aout06\0408\17807474f3.D

Data File Name 17807474f3.D

Data File Path D:\MSd22\Aout06\0408\

Operator 26

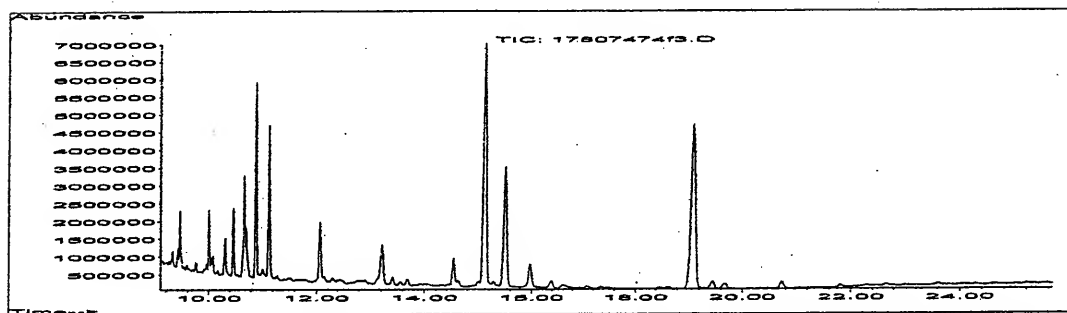
Date Acquired 8/4/2006 13:54

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F3

Vial Number 3

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

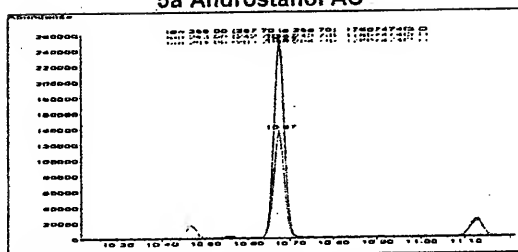
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,439,074	56.1

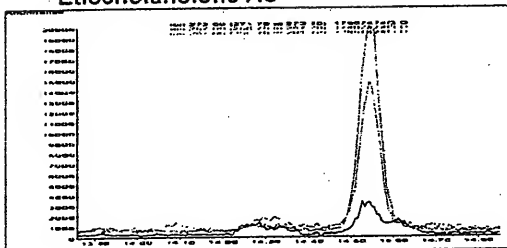
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,570,119	27.3

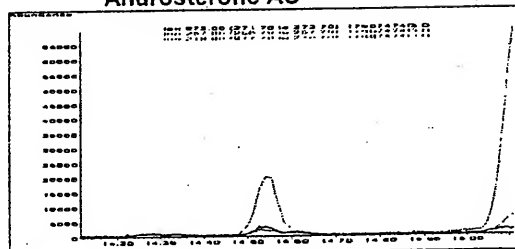
5a Androstanol AC



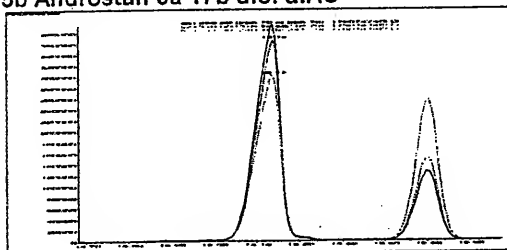
Etiocholanolone AC



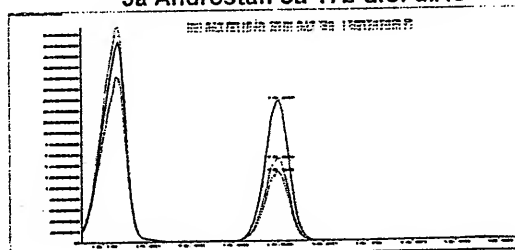
Androsterone AC



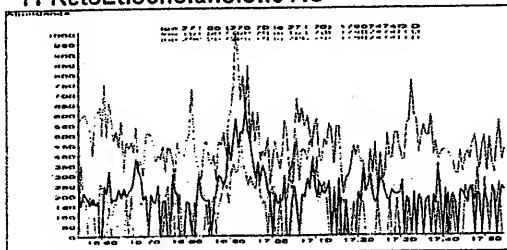
5b Androstan 3a 17b diol diAC



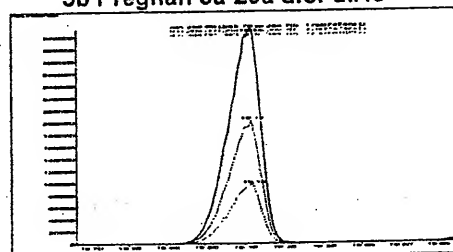
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon : 178/07 B995474

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/- 1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives

> 50%	il est admis	+/- 10% (en absolu) de variation
25 < ab < 50%		+/- 20% (en relatif)
< 25%		+/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: X Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10.7	10.68	10.67	10.67
Fichier	0408MixAc01	17807474f1	17807474f3	17807474f3

Substance caractérisée : 11 Kétoétiocholanolone AC

Fichier : 17807474f1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	17.09	1.597	100	81.9	60.2	17.05	1.596	100	78.2	61.2
Tolérance basse	16.92	1.581		71.9	50.2					
Tolérance haute	17.26	1.613		91.9	70.2					

Concordance des Tr : oui X non

Concordance des Trr : oui X non

Concordance globale des abondances relatives : oui X non

Substance caractérisée : Etiocholanolone AC

Fichier : 17807474f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.37	1.343	100	63.0	38.0	14.37	1.346	100	61.9	35.7
Tolérance basse	14.23	1.330		53.0	30.4					
Tolérance haute	14.51	1.356		73.0	45.6					

Concordance des Tr : oui X non

Concordance des Trr : oui X non

Concordance globale des abondances relatives : oui X non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

17807474f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14.63	1.368	100	42.7	30.1	14.63	1.371	100	42.6	29.0
Tolérance basse	14.48	1.354		34.2	24.1					
Tolérance haute	14.78	1.382		51.2	36.1					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

17807474f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.19	1.420	100	90.8	76.4	15.14	1.418	100	91.0	76.9
Tolérance basse	15.04	1.406		80.8	66.4					
Tolérance haute	15.34	1.434		100.8	86.4					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

17807474f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15.58	1.457	100	57.8	49.5	15.50	1.452	100	59.6	49.9
Tolérance basse	15.42	1.442		47.8	39.6					
Tolérance haute	15.74	1.472		67.8	59.4					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prénane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

17807474f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19.21	1.796	100	56.3	28.0	19.12	1.791	100	56.1	27.3
Tolérance basse	19.02	1.778		46.3	22.4					
Tolérance haute	19.40	1.814		66.3	33.6					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

USADA 0324

35

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	A
		Date :	31/01/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Substance caractérisée :

Fichier :

0

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

[Signature]

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :

oui

X

non

Paraphe et code opérateur :

49 *[Signature]*

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil : H5022

Date : 04/08/06

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),
44/69 (CO2) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme – Fichier : 40871x Ac 01
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :
TP conforme – Fichier :

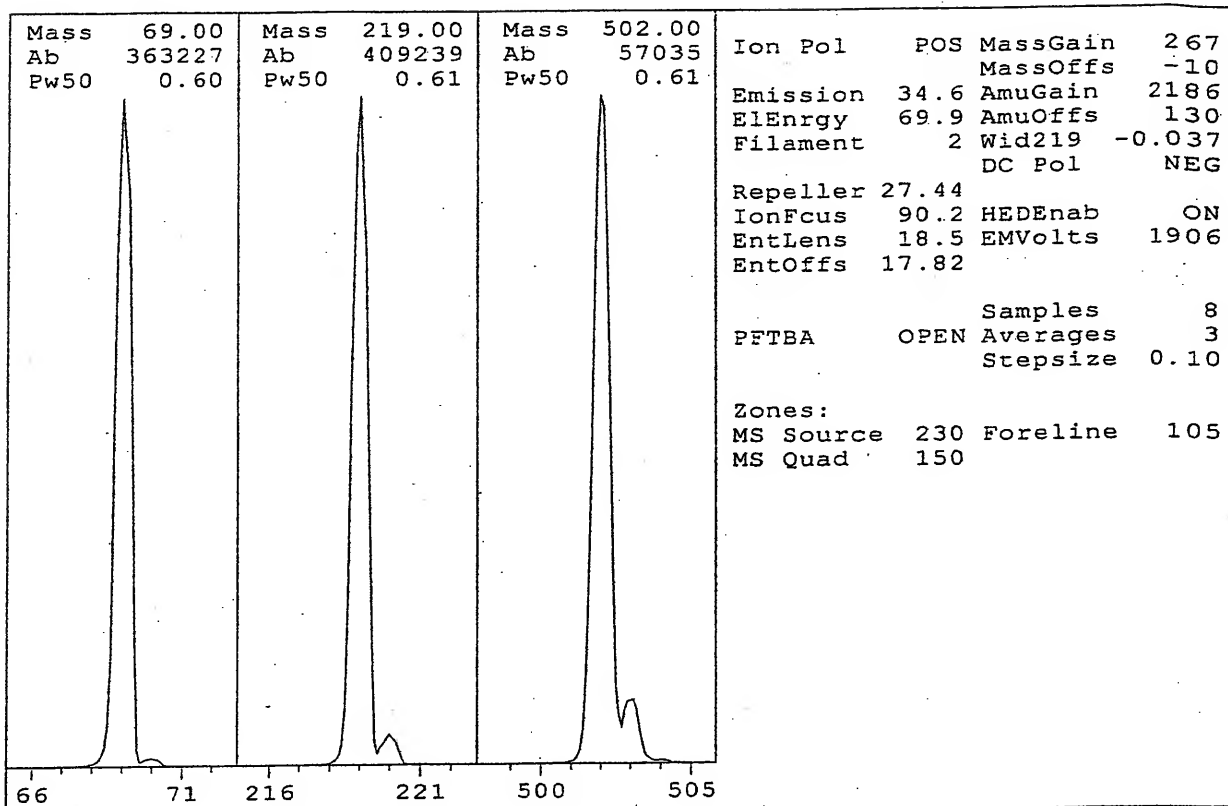
Oui	Non
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Observations :

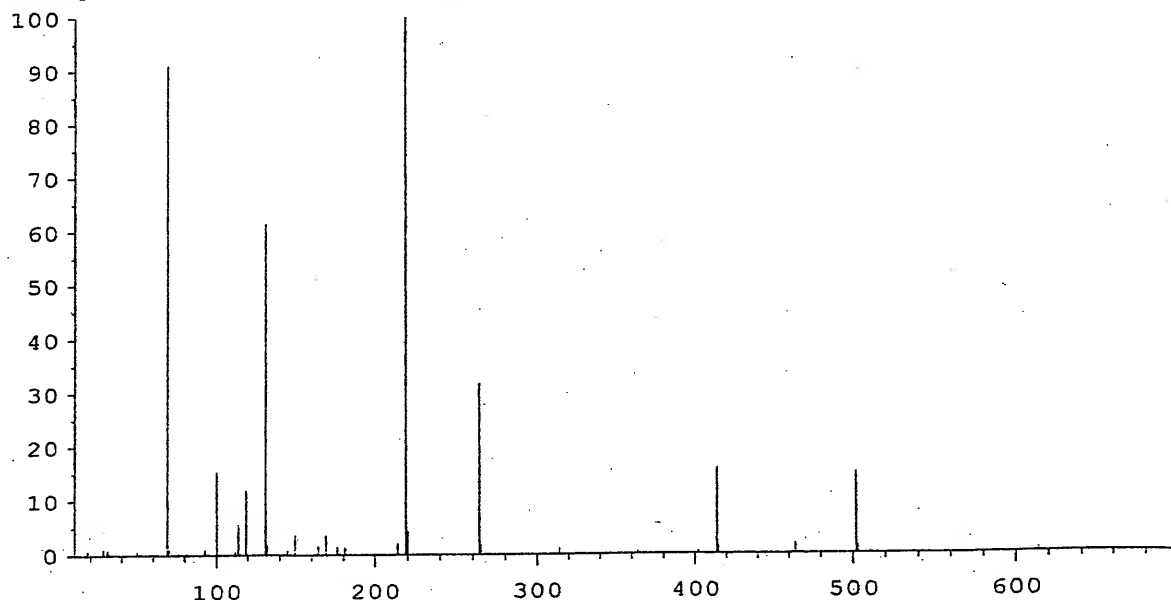
Code opérateur et paraphe : *AGF*

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Fri Aug 04 08:23:16 2006
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
115 peaks Base: 219.00 Abundance: 353984



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	322496	100.00	70.00	3626	1.12
219.00	353984	109.76	220.00	15269	4.31
502.00	53248	16.51	503.00	5166	9.70

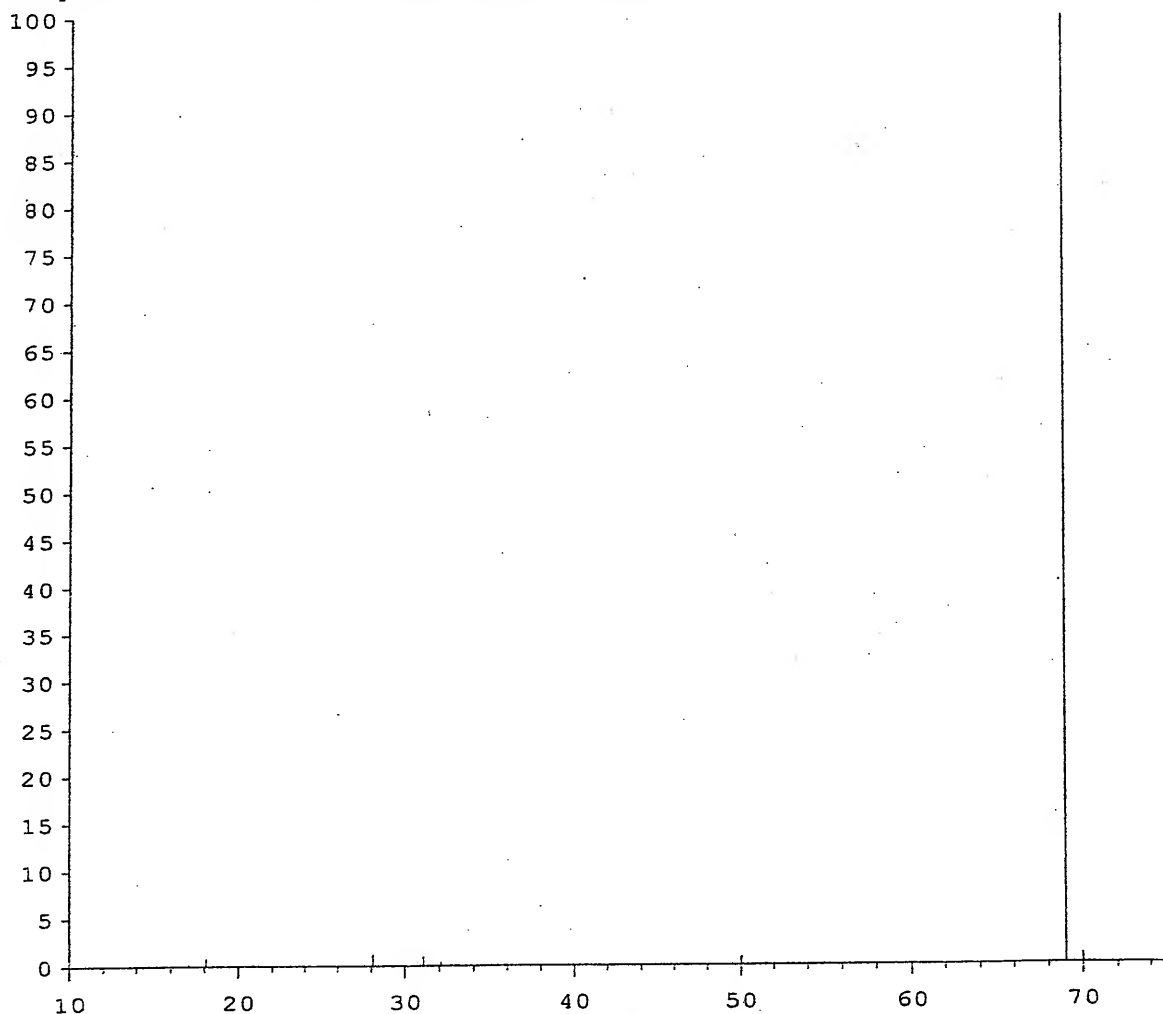
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Fri Aug 04 08:27:34 2006

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
69 peaks Base: 69.00 Abundance: 339072



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	339072	100.00	70.00	3659	1.08
18.10	2819	0.83	19.00	32	1.14
28.10	4239	1.25	29.00	101	2.38

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.83	Water%
28/69 = 1.25	Nitrogen%
32/69 = 0.43	Oxygen%
44/69 = 0.06	Carbon Dioxide%
28/18 = 150.37	Nitrogen/Water%

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	Ajuster le SI à environ 870s
Pression constante:	

INTERFACE

Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

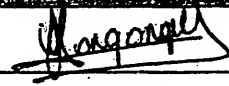
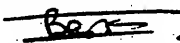
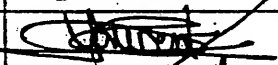
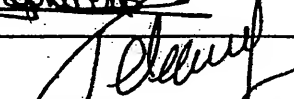
CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

28 OCT. 2005

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Action	Personne impliquée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

SPECIMEN

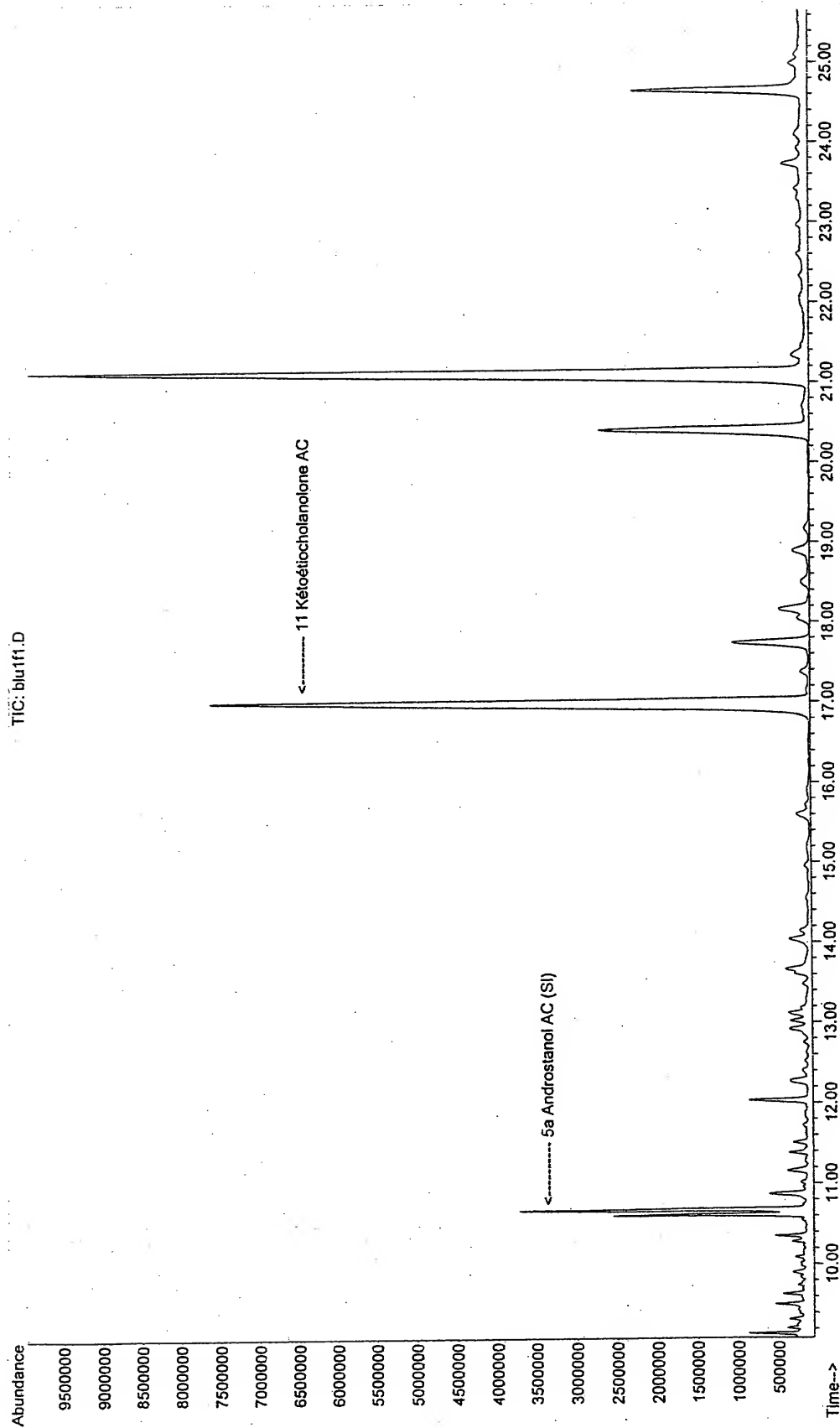
Batch Data Processing Results

Data File Name : 040806
 Autorun Setup File Name : 040806
 Blank Subtraction : Disabled
 Background Subtraction : Disabled
 Reference Gas : Enabled
 Ref Gas Delta (C13) : -34.50
 Ref Gas Delta (O18) : -19.30
 Current Time : 22:17:03
 Current Date : 04/08/06

Sample Details		Elemental Isotopic		Delta	
No.	Name	Weight (mg)	Ref Type	% Comp (C)	(C13) (O18)
1	Stabilite 1	0.000	Sam		
2	Stabilite 2	0.000	Sam		
3	Stabilite 3	0.000	Sam		
4	Stabilite 4	0.000	Sam		
5	Stabilite 5	0.000	Sam		
6	Mix Cal IRMS 003-1	0.000	Sam		-31.30 -40.0
7	Mix Cal IRMS 003-2	0.000	Sam		-31.68 -40.0
8	Mix Cal IRMS 003-3	0.000	Sam		-31.42 -39.3
9	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	
10	Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	-31
11	178/07 995474 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	-3
12	Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL			0.000 Sam	-3
13	178/07 995474 F1/150uL inj 2uL			0.000 Sam	
14	Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL			0.000 Sam	
15	178/07 995474 F2/850uL inj 2uL			0.000 Sam	
16	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	

Sample Details		Weight		Atom %		Atom % XS	
No.	Name	(mg)	Ref Type	(C13)	(C13)		
1	Stabilite 1	0.000	Sam				
2	Stabilite 2	0.000	Sam				
3	Stabilite 3	0.000	Sam				
4	Stabilite 4	0.000	Sam				
5	Stabilite 5	0.000	Sam				
6	Mix Cal IRMS 003-1	0.000	Sam	1.07683	-0.0344		
7	Mix Cal IRMS 003-2	0.000	Sam	1.07641	-0.0348		
8	Mix Cal IRMS 003-3	0.000	Sam	1.07670	-0.0345		
9	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08114		
10	Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07712		-0.
11	178/07 995474 F3/45uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07560		-0
12	Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07649		-0
13	178/07 995474 F1/150uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07751		-
14	Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07826		-
15	178/07 995474 F2/850uL inj 2uL			0.000 Sam	1.07131		-
16	Mix Cal Acetate 001A-100ng inj			0.000 Sam	1.08271		-

File :D:\Msd22\Aout06\0408\blulf1.D
Operator : 26
Acquired : 4 Aug 2006 14:26 using AcqMethod MAN_52.M
Instrument : MSD22
Sample Name: Blu 1 F1
Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100uL
Vial Number: 4



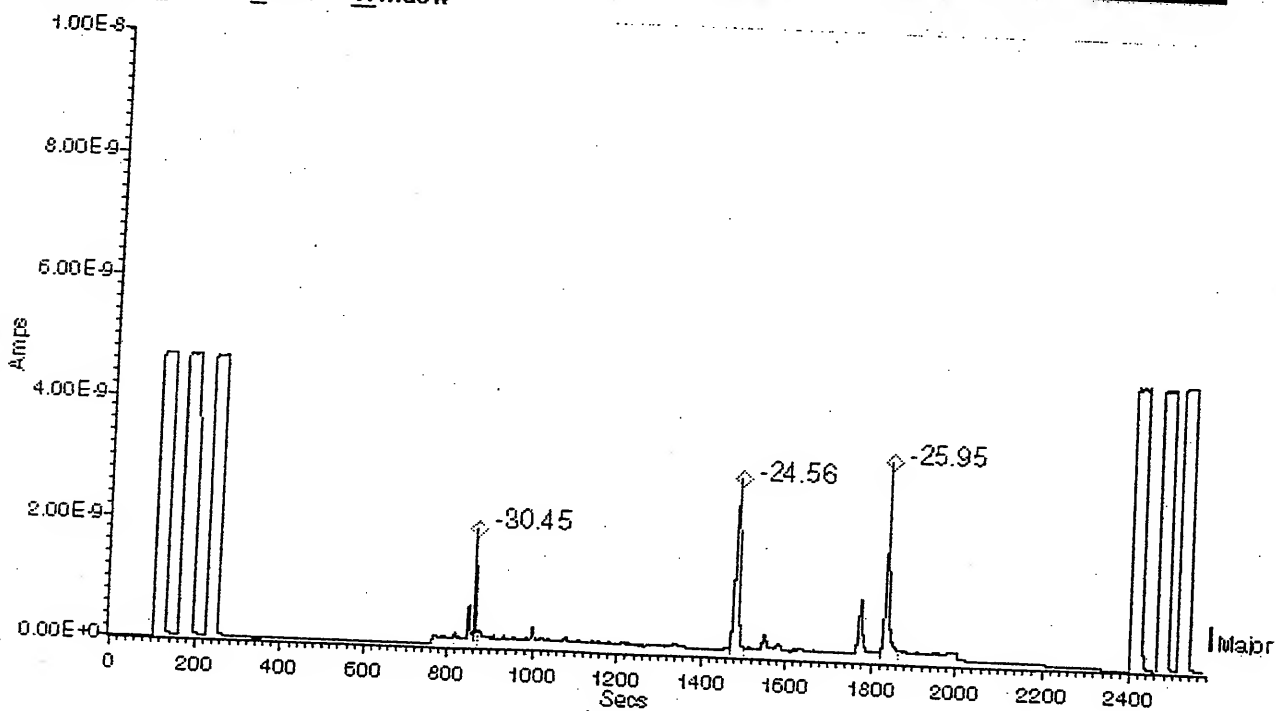
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data
Filename: DATA_012
Date: 04/08/06
Folder: 040806
Time: 18:33:24
Comment: Blu 1.Pool 4-F1/120uL inj 2uL:
Parameters
Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



THERE WAS NO PAGE 105 IN THE ORIGINAL
DOCUMENTATION PACKAGE.

THIS PAGE IS INTENTIONALLY LEFT BLANK

Data Processing Results

Data File Name : DATA_012
 Folder : 040806
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 Fl/120uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 5
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 18:33:24 Date : 04/08/06
 Current Time : 19:18:07 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.532E-8	1.1773E-2	4.2515E-3
182.6	8.541E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
242.6	8.493E-8	1.1773E-2	4.2515E-3
2423.5	8.481E-8	1.1773E-2	4.2516E-3
2483.5	8.479E-8	1.1773E-2	4.2516E-3
2533.5	8.517E-8	1.1773E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 1.3906E-7 1.7907E-7

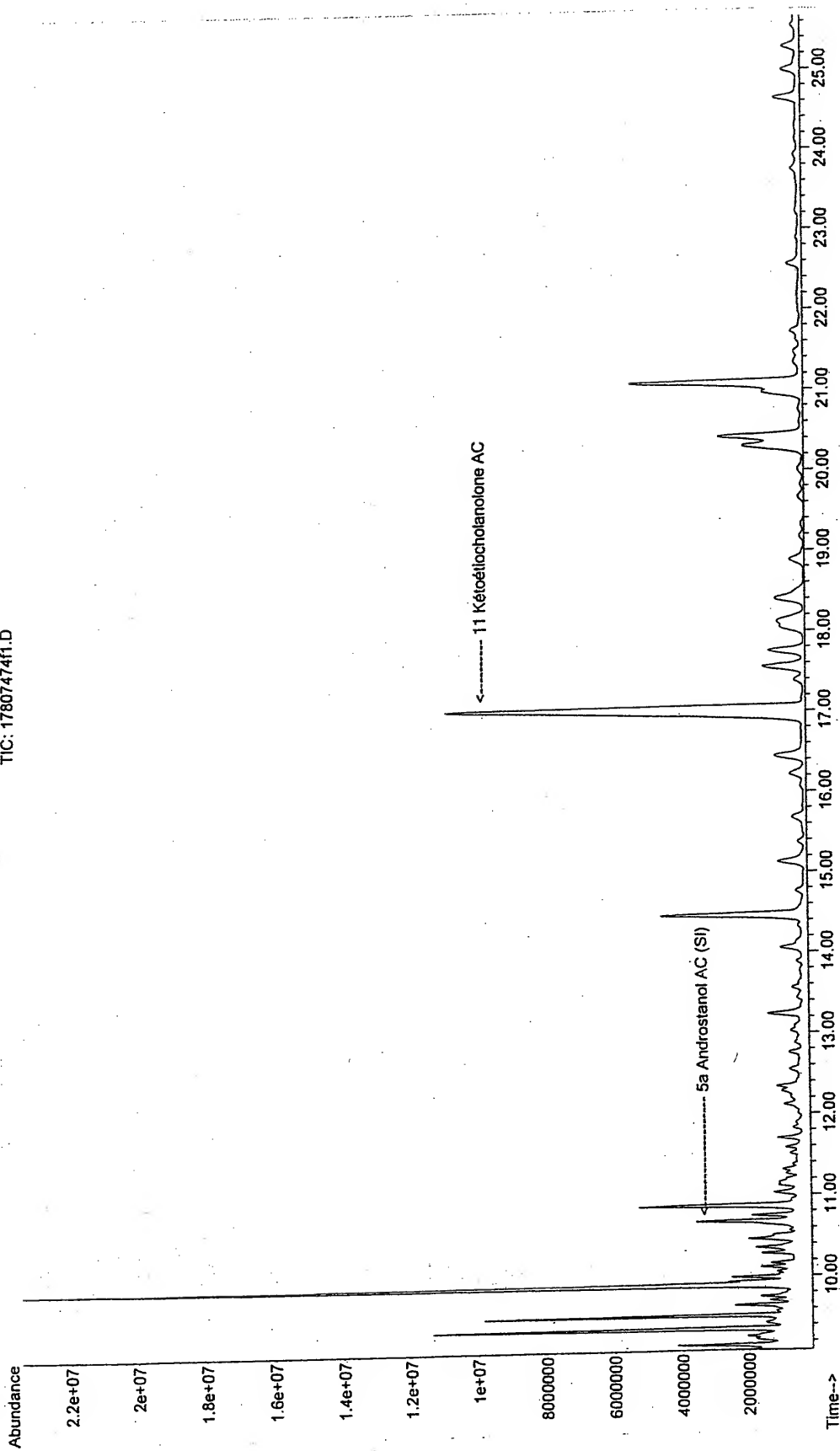
Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
869.6	1.97E-9	9.0004E-9	1.1813E-2	4.1841E-3	-30.45	-64.35	-34.89	18
1489.8	2.93E-9	3.0458E-8	1.1879E-2	4.1636E-3	-24.56	-62.12	-39.64	20
1843.5	3.29E-9	3.8707E-8	1.1864E-2	4.1725E-3	-25.95	-58.90	-37.61	18

File : D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f1.D
Operator : 26
Acquired : 4 Aug 2006 14:59 using AcqMethod MAN_52.M
Instrument : MSD22
Sample Name: 178/07 B995474 F1
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL
Vial Number: 5

TIC: 17807474f1.D



Optima GC 1.67-2 - Manual DP

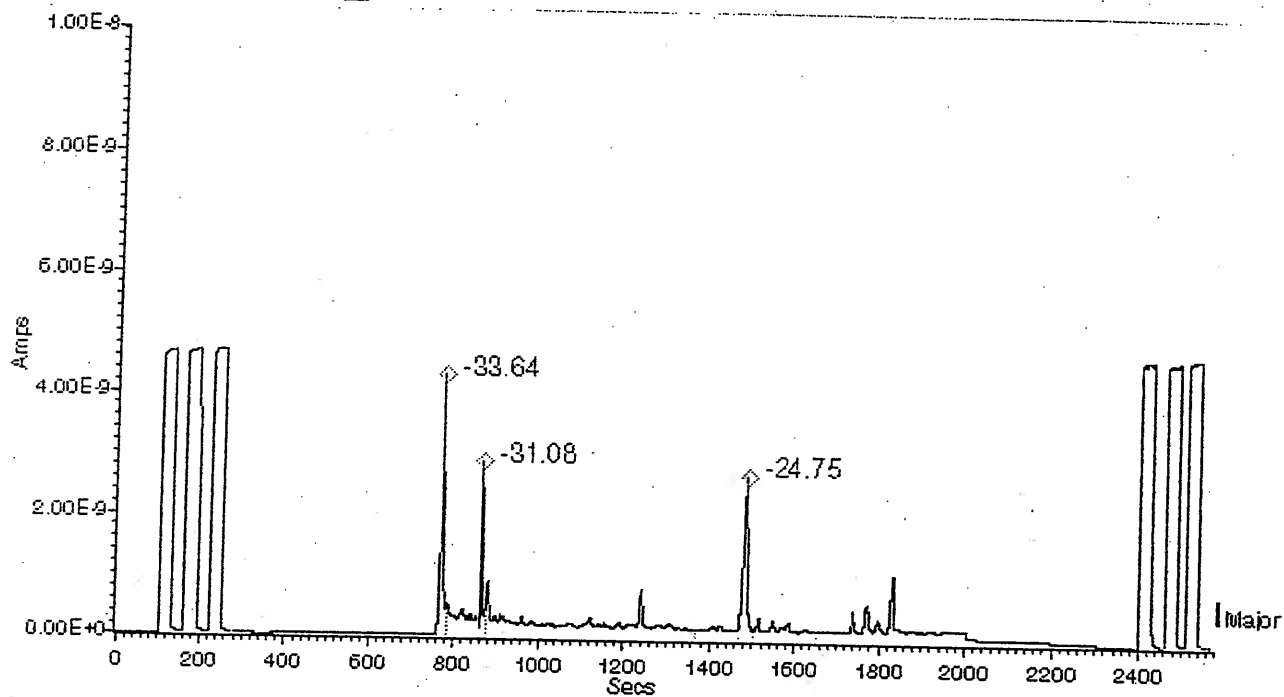
File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_013 Folder : 040806
Date : 04/08/06 Time : 19:18:09
Comment : 178107 995474 F1/150uL inj.2uL

Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_013
 Folder : 040806
 Sample Name : 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 6
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 19:18:09 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:07:48 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

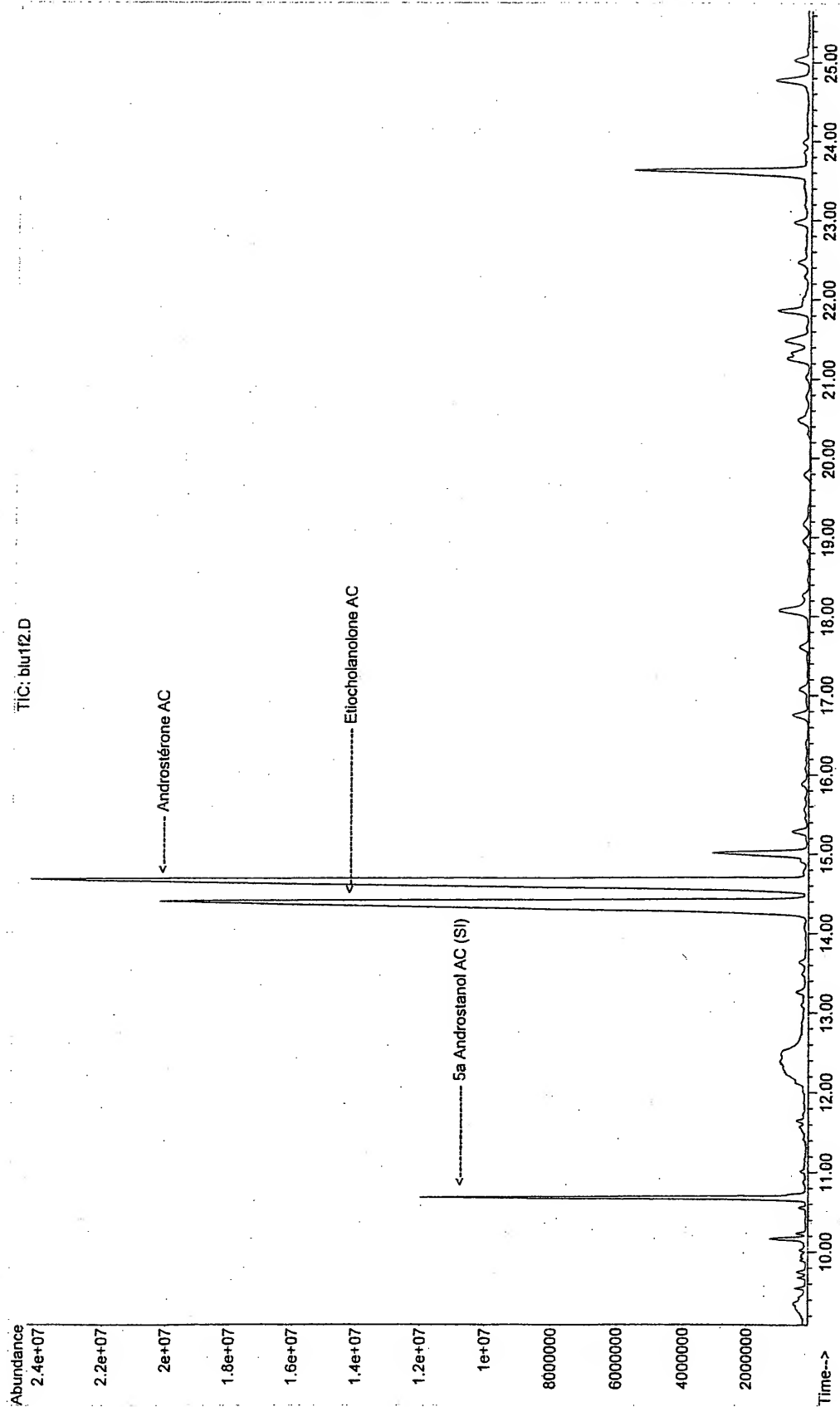
Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.496E-8	1.1774E-2	4.2514E-3
182.6	8.501E-8	1.1773E-2	4.2514E-3
242.7	8.541E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2423.5	8.495E-8	1.1775E-2	4.2521E-3
2483.5	8.456E-8	1.1775E-2	4.2522E-3
2533.5	8.598E-8	1.1775E-2	4.2528E-3

Std Dev Of Fit 3.6976E-7 2.8218E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	777.1	4.35E-9	2.3077E-8	1.1776E-2	4.1710E-3	-33.64	-129.52	-37.95	63
	870.2	2.90E-9	1.4257E-8	1.1809E-2	4.2083E-3	-31.08	-122.87	-29.33	42
	1490.1	2.72E-9	2.8456E-8	1.1879E-2	4.1846E-3	-24.75	-127.77	-34.88	58

File : D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f2.D
 Operator : 26
 Acquired : 4 Aug 2006 15:31 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: Blu 1 F2
 Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400uL
 Vial Number: 6



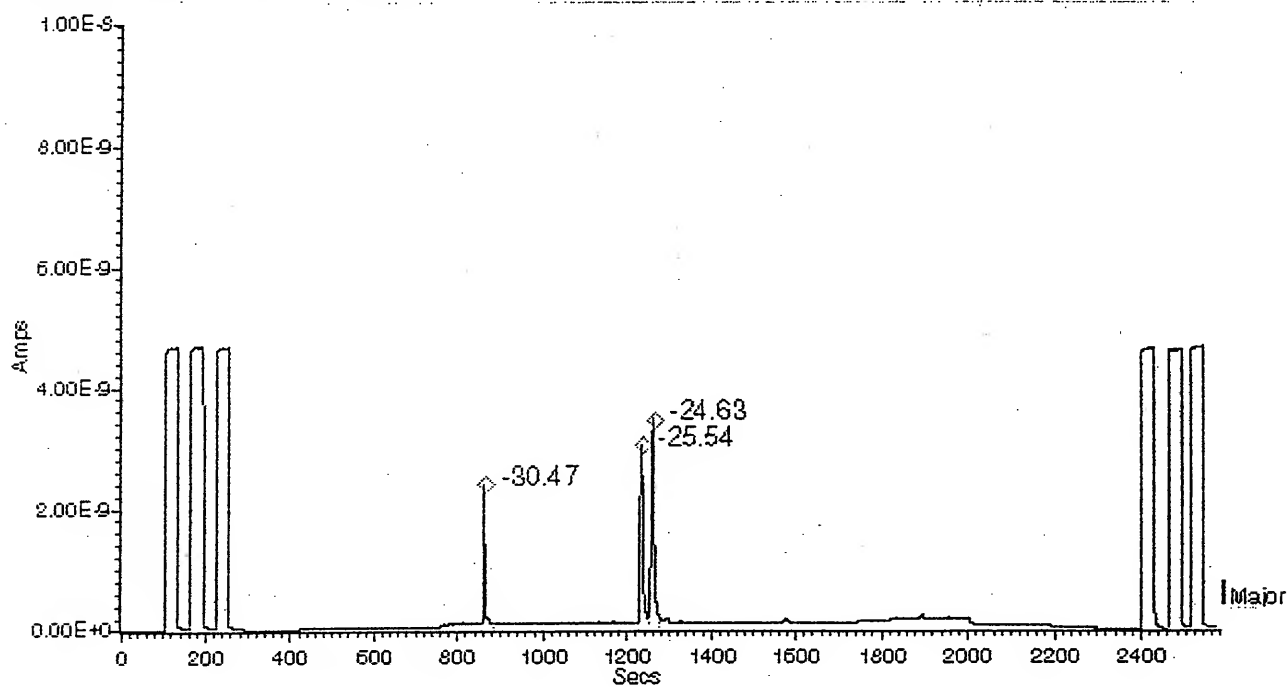
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_014 Folder : 040806
Date : 04/08/06 Time : 20:02:53
Comment : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_014
 Folder : 040806
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 7
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 20:02:53 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:18:20 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.496E-8	1.1776E-2	4.2531E-3
182.6	8.503E-8	1.1776E-2	4.2531E-3
242.6	8.494E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
2423.5	8.442E-8	1.1774E-2	4.2519E-3
2483.5	8.385E-8	1.1774E-2	4.2515E-3
2533.5	8.462E-8	1.1773E-2	4.2518E-3

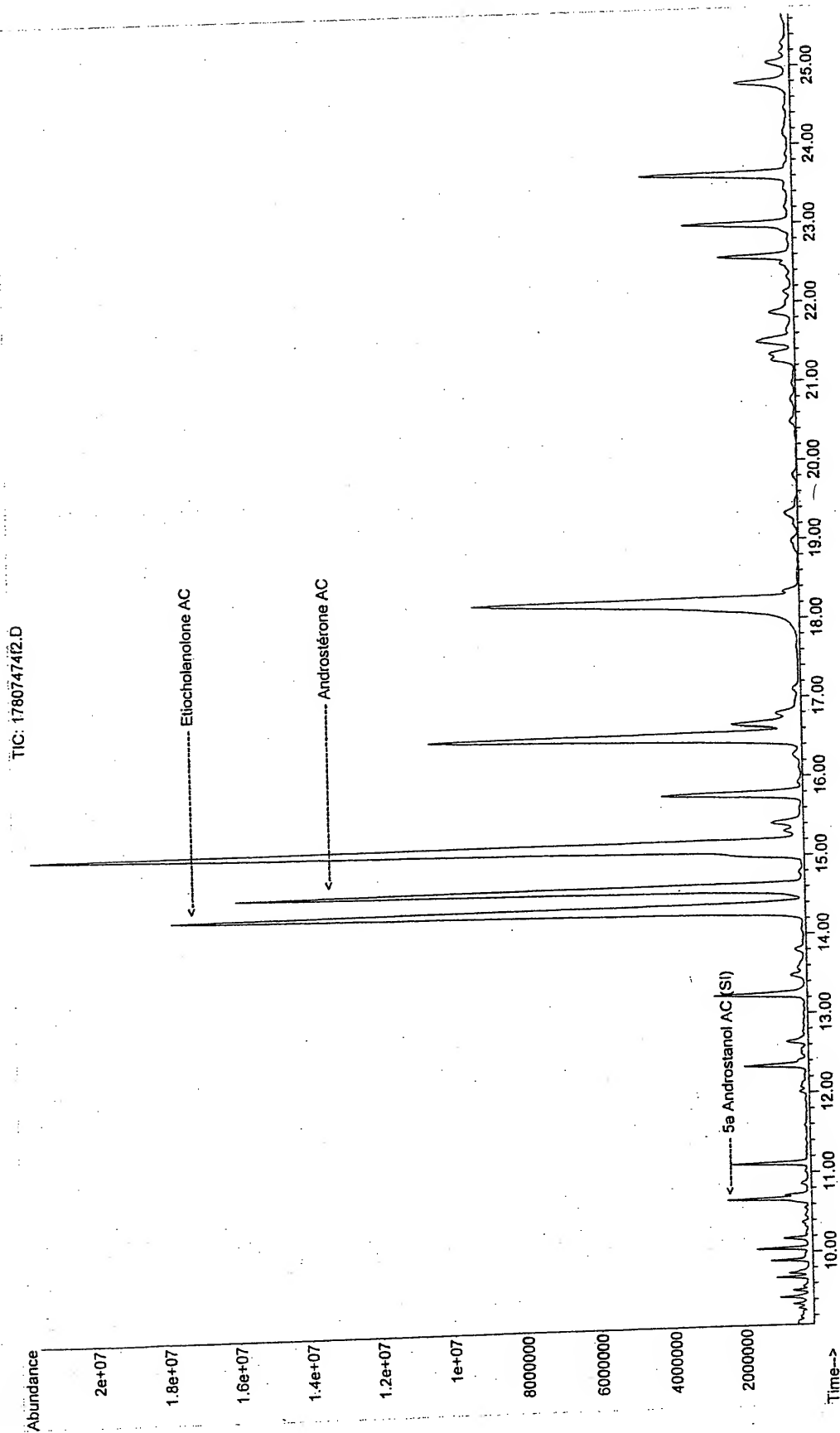
Std Dev Of Fit 3.6403E-7 1.7354E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
869.0	2.38E-9	1.2861E-8	1.1814E-2	4.1675E-3	-30.47	-71.51	-38.95	27
1241.0	3.05E-9	2.4953E-8	1.1870E-2	4.1678E-3	-25.54	-68.90	-38.86	27
267.5	3.48E-9	2.7395E-8	1.1880E-2	4.1669E-3	-24.63	-68.70	-39.06	27

File : D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f2.D
Operator : 26
Acquired : 4 Aug 2006 16:03 using AcqMethod MAN_52.M
Instrument : MSD22
Sample Name: 178/07 B995474 F2
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL
Vial Number: 7



Optima GC 1.67-2 - Manual DP

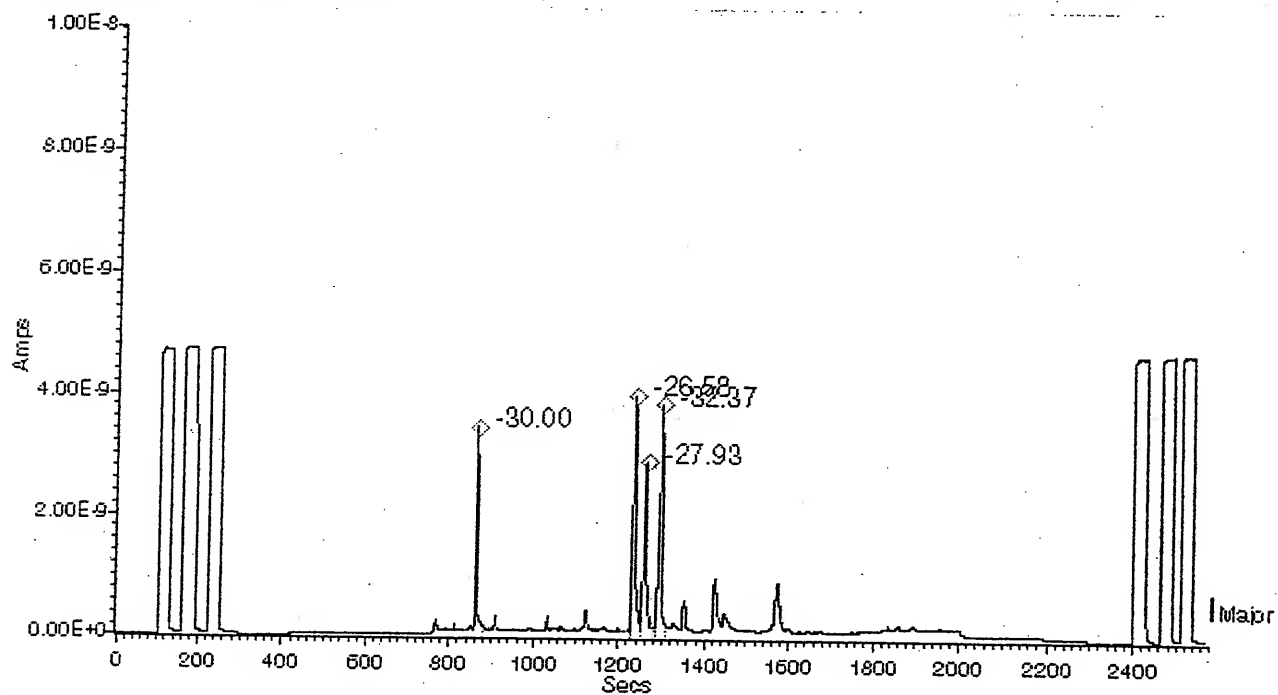
File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename: DATA_015 Folder : 040806
Date : 04/08/06 Time : 20:47:38
Comment : 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL

Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_015
 Folder : 040806
 Sample Name : 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 8
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 20:47:38 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:03:23 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

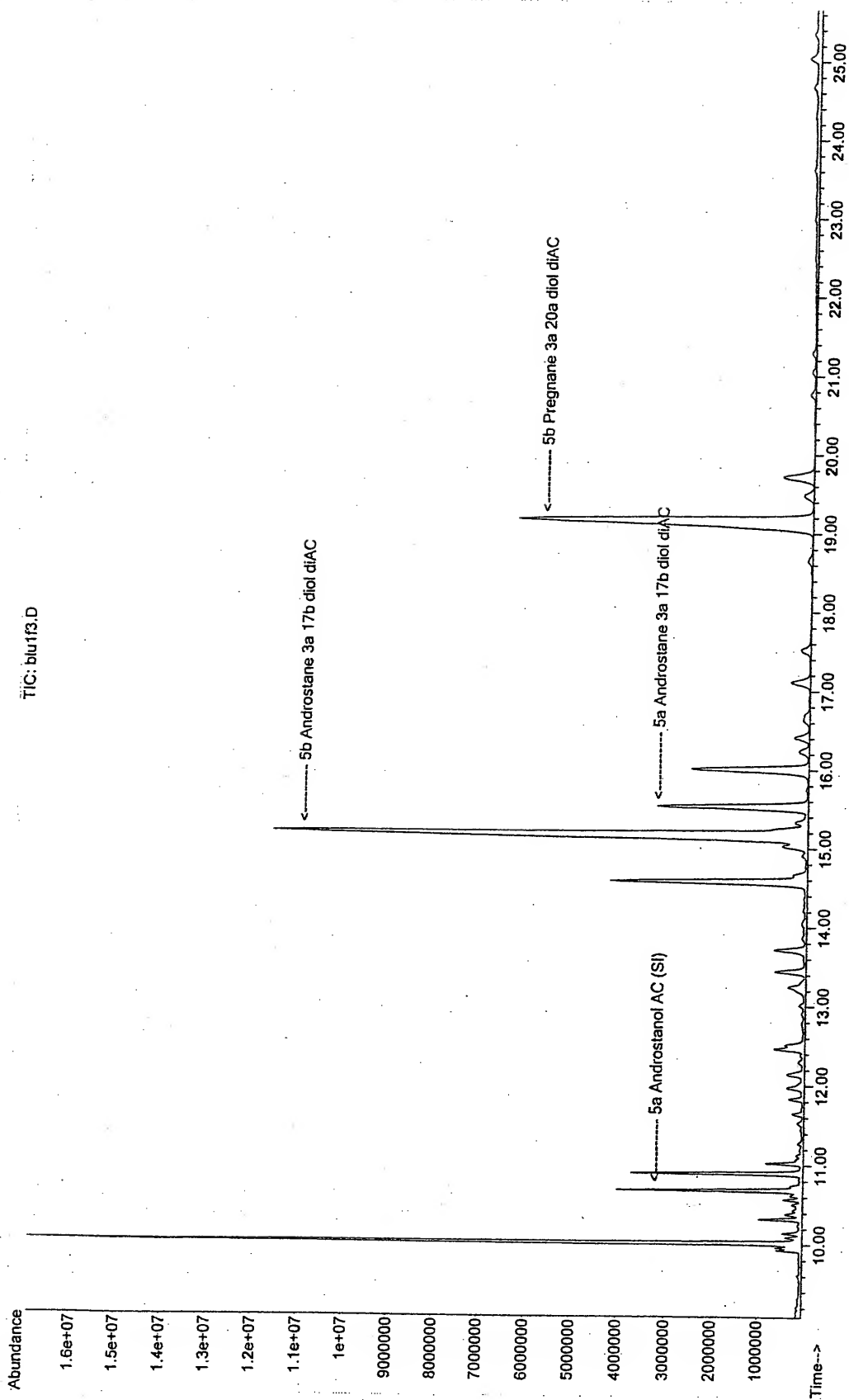
Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.556E-8	1.1774E-2	4.2526E-3
182.5	8.604E-8	1.1775E-2	4.2533E-3
242.5	8.602E-8	1.1775E-2	4.2537E-3
2423.4	8.506E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2483.5	8.522E-8	1.1773E-2	4.2517E-3
2533.5	8.602E-8	1.1773E-2	4.2523E-3

Std Dev Of Fit 5.2841E-7 4.9662E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
	870.1	3.47E-9	1.6473E-8	1.1818E-2	4.1661E-3	-30.00	-65.04	-39.32	21
	1241.1	4.00E-9	3.2334E-8	1.1856E-2	4.1657E-3	-26.58	-61.51	-39.38	21
	1266.9	2.92E-9	2.1992E-8	1.1841E-2	4.1682E-3	-27.93	-60.71	-38.79	21
	1301.9	3.84E-9	3.1072E-8	1.1791E-2	4.1696E-3	-32.37	-59.44	-38.45	20

File : D:\Msd22\Aout06\0408\blul1f3.D
 Operator : 26
 Acquired : 4 Aug 2006 13:22 using AcqMethod MAN_52.M
 Instrument : MSD22
 Sample Name: Blu 1 F3
 Misc Info : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL
 Vial Number: 2



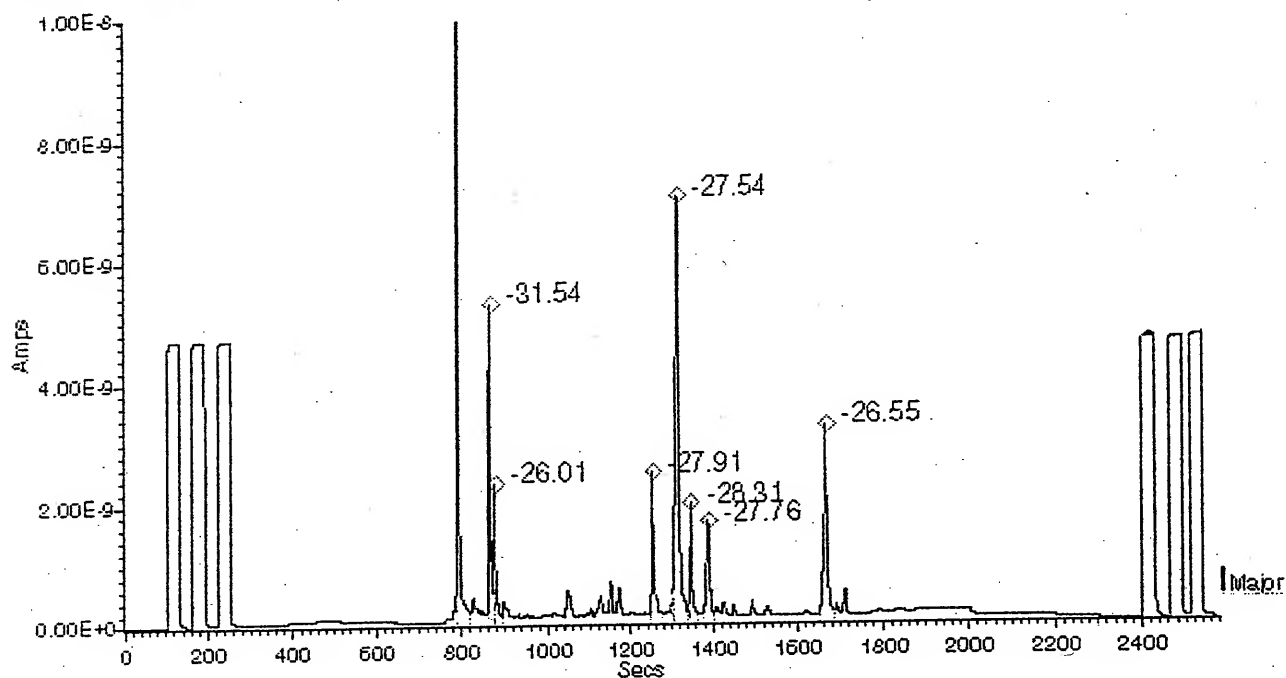
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename : DATA_010 Folder : 040806
Date : 04/08/06 Time : 17:03:53
Comment : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL :
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_010
 Folder : 040806
 Sample Name : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 17:03:53 Date : 04/08/06
 Current Time : 07:47:30 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.6	8.545E-8	1.1774E-2	4.2514E-3
182.6	8.537E-8	1.1773E-2	4.2513E-3
242.7	8.497E-8	1.1773E-2	4.2507E-3
2423.5	8.468E-8	1.1772E-2	4.2505E-3
2483.5	8.400E-8	1.1772E-2	4.2507E-3
2533.5	8.435E-8	1.1772E-2	4.2508E-3

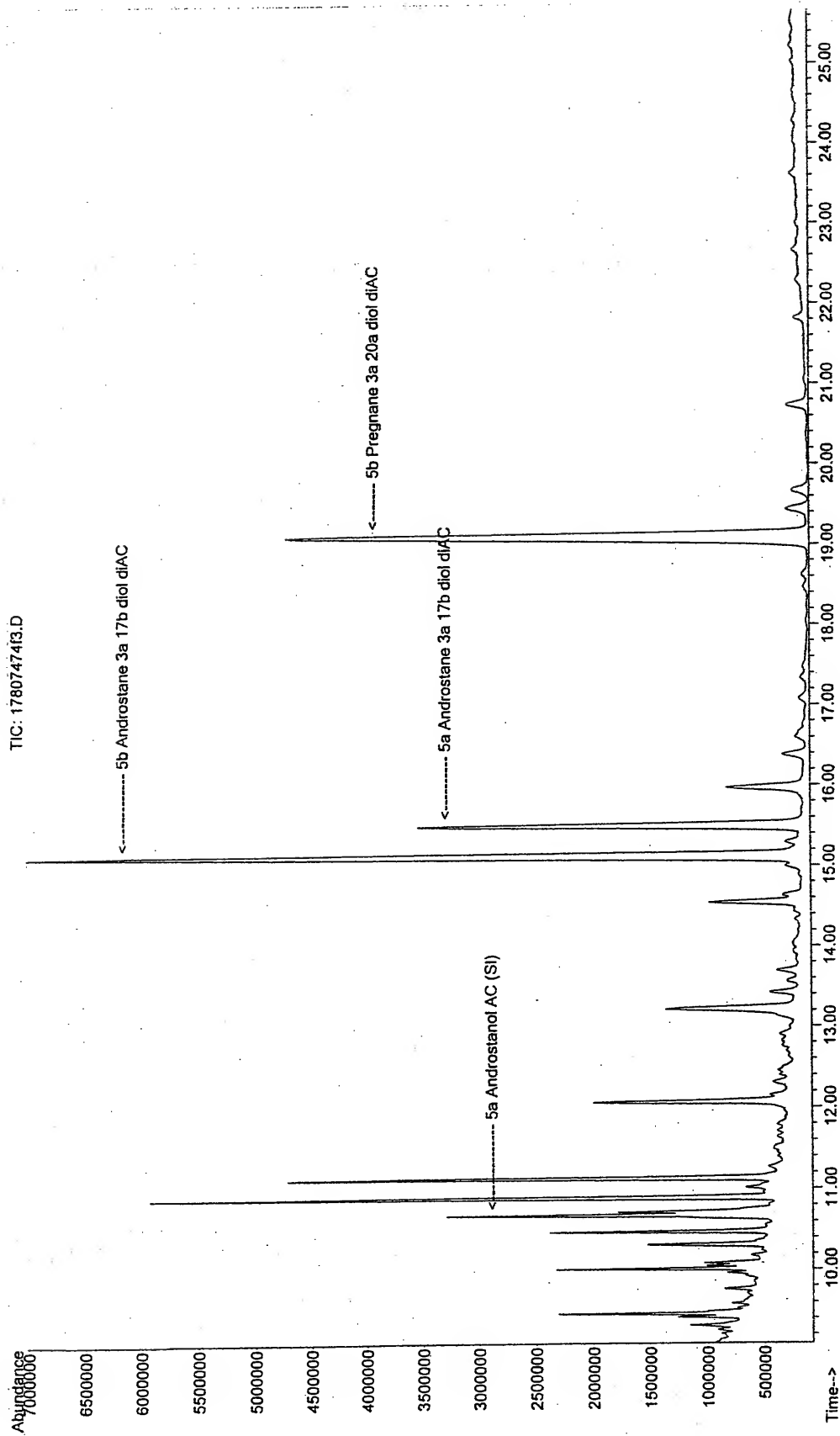
Std Dev Of Fit 3.7547E-7 2.7523E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
799.0	1.36E-8	5.8132E-8	1.1877E-2	4.1762E-3	-24.77	-67.24	-36.59	17
872.4	5.30E-9	2.2912E-8	1.1801E-2	4.1836E-3	-31.54	-66.95	-34.88	17
881.1	2.34E-9	1.2956E-8	1.1867E-2	4.2171E-3	-26.01	-66.81	-27.15	17
1260.3	2.49E-9	2.2592E-8	1.1843E-2	4.1987E-3	-27.91	-65.40	-31.37	19
1323.0	7.04E-9	6.5008E-8	1.1845E-2	4.1705E-3	-27.54	-65.35	-37.87	20
1353.8	1.98E-9	1.6534E-8	1.1838E-2	4.1904E-3	-28.31	-65.37	-33.27	20
1394.3	1.68E-9	1.5157E-8	1.1844E-2	4.1913E-3	-27.76	-65.37	-33.08	20
1674.1	3.26E-9	3.5570E-8	1.1856E-2	4.1632E-3	-26.55	-65.86	-39.55	22

File :D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f3.D
Operator : 26
Acquired : 4 Aug 2006 13:54 using AcqMethod MAN_52.M
Instrument : MSD22
Sample Name: 178/07 B995474 F3
Misc Info : 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL
Vial Number: 3



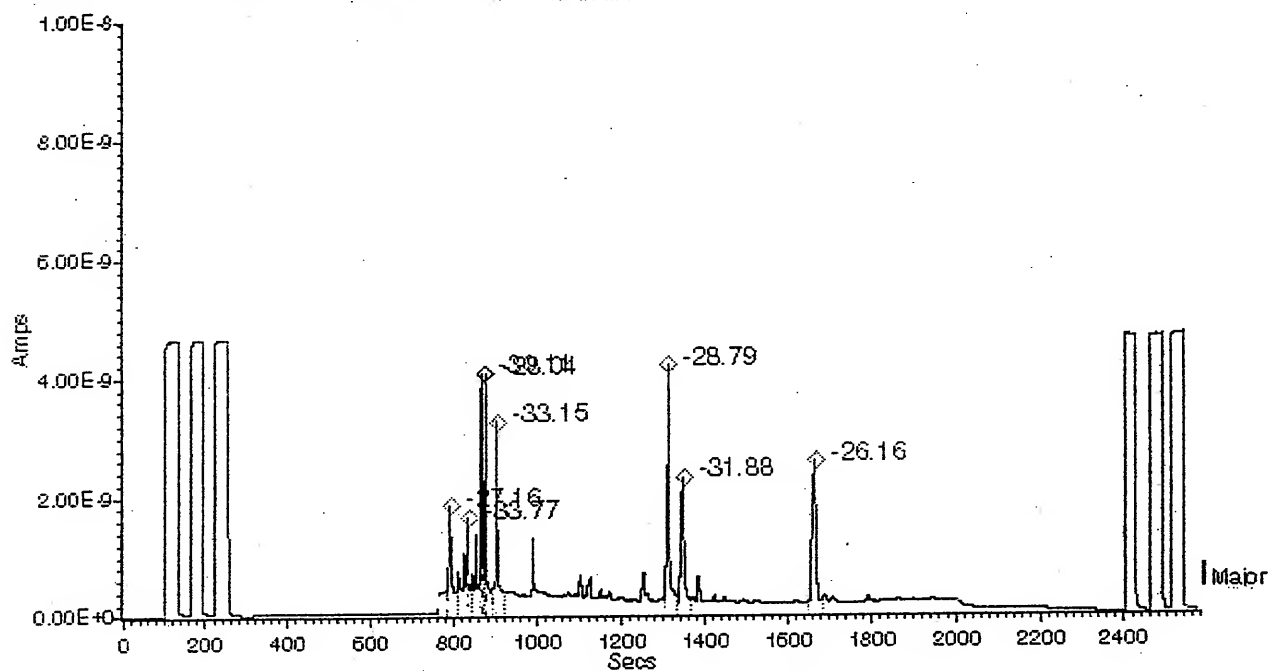
Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data Filename: DATA_011 Folder : 040806
 Date : 04/08/06 Time : 17:48:39
 Comment : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL :
Parameters Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_011
 Folder : 040806
 Sample Name : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL
 Sample ID :
 Sample Position : 4
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 Runtime User : micromass
 Acquisition Time : 17:48:39 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:54:31 Date : 05/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.7	8.465E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
182.7	8.465E-8	1.1771E-2	4.2504E-3
242.7	8.459E-8	1.1771E-2	4.2502E-3
2423.5	8.450E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
2483.6	8.436E-8	1.1772E-2	4.2501E-3
2533.5	8.541E-8	1.1772E-2	4.2506E-3

Std Dev Of Fit 3.1407E-7 2.2560E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
797.1	1.84E-9	1.7724E-8	1.1857E-2	4.2650E-3	-27.16	-59.49	-15.91	8
839.1	1.63E-9	9.1742E-9	1.1778E-2	4.2295E-3	-33.77	-59.43	-24.09	9
871.9	4.08E-9	1.7193E-8	1.1816E-2	4.1820E-3	-30.11	-59.39	-35.07	9
880.6	4.07E-9	2.2454E-8	1.1841E-2	4.1969E-3	-28.04	-59.16	-31.63	9
909.0	3.27E-9	2.5928E-8	1.1785E-2	4.2250E-3	-33.15	-58.98	-25.14	9
1318.2	4.22E-9	3.9586E-8	1.1830E-2	4.1764E-3	-28.79	-57.10	-36.38	12
1352.4	2.33E-9	2.1502E-8	1.1796E-2	4.1861E-3	-31.88	-56.94	-34.13	12
1671.2	2.57E-9	2.9485E-8	1.1859E-2	4.1584E-3	-26.16	-55.38	-40.52	14

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : 178/07 B995474

Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 1

Répertoire : 040806

CO et paraphe : 2605

Valeur isotopique du réactif de dérivation : -53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	data_012	data_012	data_013	data_013
tr (s)	870	1490	870	1490
trr	-	1.713	-	1.712
Intensité (nA)	2.0	2.9	2.9	2.7
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30.45	-24.56	-31.08	-24.75
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21.57	-	-21.78

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	data_014	data_014	data_014	data_015	data_015	data_015
tr (s)	869	1241	1268	870	1241	1267
trr	-	1.428	1.459	-	1.426	1.456
Intensité (nA)	2.4	3.1	3.5	3.5	4.0	2.9
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30.47	-25.54	-24.63	-30.00	-26.58	-27.93
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22.65	-21.64	-	-23.80	-25.29

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	data_010	data_010	data_010	data_010
tr (s)	872	1323	1354	1674
trr	-	1.517	1.552	1.919
Intensité (nA)	5.3	7.0	2.0	3.3
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-31.54	-27.54	-28.31	-26.55
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22.18	-23.11	-21.51

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	data_011	data_011	data_011	data_011
tr (s)	872	1318	1352	1671
trr	-	1.512	1.551	1.917
Intensité (nA)	4.1	4.2	2.3	2.6
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30.11	-28.79	-31.88	-26.16
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-23.69	-27.43	-21.05

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : E
		Date : 24/11/05
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	α	
Etio	-19.56	-26.10	α	
Andro	-18.43	-25.02		α
5 β Adiol	-18.55	-26.97	α	
5 α Adiol	-18.59	-27.40		α
5 β Pdiol	-18.25	-25.55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-1.08	-1.22	-2.02	-2.82
Andro - 11 Kétoétio	-0.08	-2.71	-3.51	-4.31
5 β Adiol - 5 β Pdiol	-0.67	-1.85	-2.65	-3.45
5 α Adiol - 5 β Pdiol	-1.60	-5.59	-6.39	-7.19

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.51‰ et -6.39‰ respectivement pour les métabolites androstérone et 5 α androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable:

Observations:

USADA 0352

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

123

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : ...17819... 3995474...

Numéro d'identification de l'appareil : ...1. SERIE 1...

Instruction de confirmation : ...1 Conf. 31...

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: ...003...

Valeurs obtenues (‰) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32.36	-27.86	-31.86	-31.37
Ecart-type	0.07	0.11	0.10	0.10

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate: 001A

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiolanolone AC
<u>date - 009</u>	<u>-30.40</u>	<u>-19.98</u>	<u>-33.71</u>	<u>-16.74</u>
<u>date - 016</u>	<u>-30.25</u>	<u>-19.95</u>	<u>-33.63</u>	<u>-16.67</u>

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / ~~NON CONFORME~~
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
<u>4/8/06</u>	<u>2805</u>	<u>05/08/06</u>	<u>49</u> <u>[Signature]</u>

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

Optima GC 1.67-2

Inlet Mass Spec Scan Tests Analysis User Program Config Help

Current Mass: 45.00 Date: 04/08/06 Time: 10:21:22

Mass-44 = 4.6664E-9 A

Mass-45 = 5.4958E-11 A

Mass-46 = 2.0058E-11 A

FID = 0.11610 V

Src status = 0

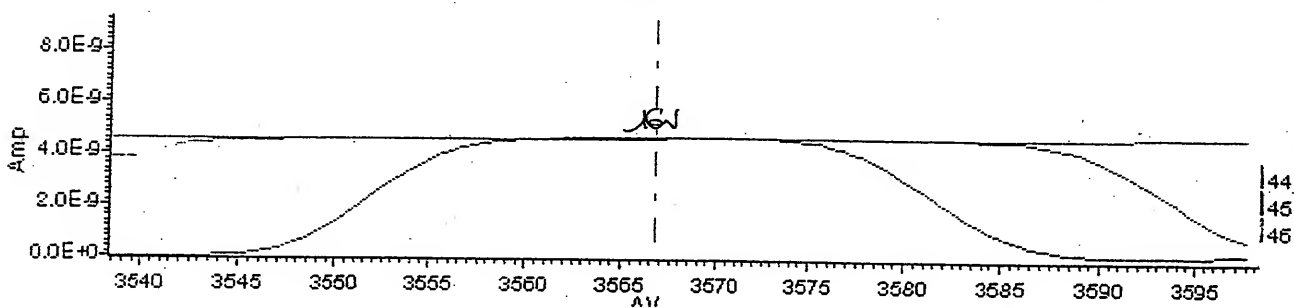
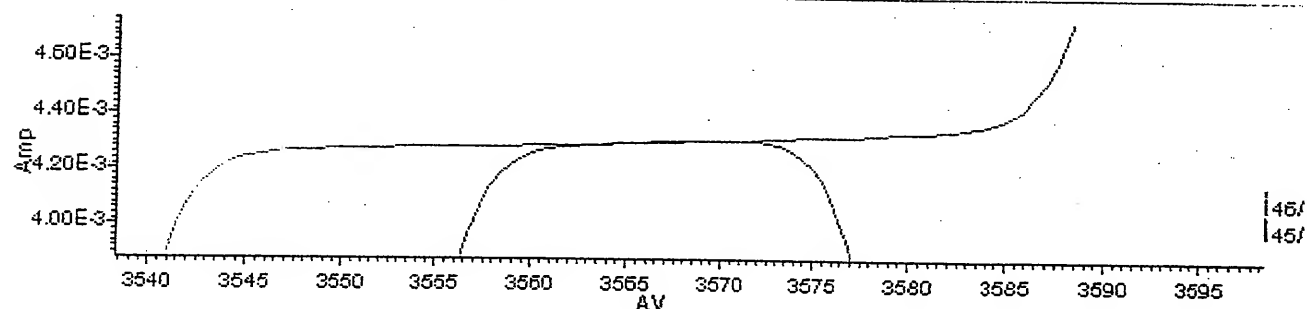
Penning = 2.8E-6 mBar

Pirani = 1.4E-2 mBar

Turbo speed = 1.0E+2 mBar

Scan Display Window

Graph Cursor Lines Window Scan



Data Processing Results

Data File Name : DATA_005
 Folder : 040806
 Sample Name : Stabilite 5
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : CO2-STAB
 Batch Name : 040806
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:08:45 Date : 04/08/06
 Current Time : 11:19:48 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.495E-8	1.1779E-2	4.2534E-3
102.5	8.499E-8	1.1779E-2	4.2535E-3
162.6	8.506E-8	1.1779E-2	4.2539E-3
222.6	8.502E-8	1.1779E-2	4.2538E-3
282.6	8.494E-8	1.1779E-2	4.2542E-3
342.6	8.489E-8	1.1779E-2	4.2543E-3
402.6	8.451E-8	1.1779E-2	4.2542E-3
462.7	8.487E-8	1.1779E-2	4.2543E-3
522.7	8.458E-8	1.1779E-2	4.2540E-3
582.7	8.439E-8	1.1779E-2	4.2538E-3

Std Dev Of Fit 1.7272E-7 2.7766E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
-------------	--------	------	-----	-----	--------	--------

Data Processing Results

Data File Name : DATA_006
 Folder : 040806
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-1
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 040806
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:30:41 Date : 04/08/06
 Current Time : 11:46:25 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.498E-8	1.1778E-2	4.2537E-3
102.6	8.503E-8	1.1778E-2	4.2534E-3
742.8	8.421E-8	1.1777E-2	4.2519E-3
802.9	8.412E-8	1.1776E-2	4.2519E-3

Std Dev Of Fit 1.2485E-7 1.0555E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
191.6	5.57E-9	1.4452E-8	1.1796E-2	4.1786E-3	-32.30	-36.54
259.1	4.36E-9	1.2956E-8	1.1848E-2	4.1803E-3	-27.78	-36.13
350.9	4.90E-9	1.4134E-8	1.1801E-2	4.1745E-3	-31.79	-37.39
538.2	5.18E-9	1.4106E-8	1.1805E-2	4.1624E-3	-31.30	-40.09

Data Processing Results

Data File Name : DATA_007
 Folder : 040806
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-2
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 040806
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:46:27 Date : 04/08/06
 Current Time : 12:06:32 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.470E-8	1.1776E-2	4.2527E-3
102.6	8.526E-8	1.1777E-2	4.2529E-3
742.8	8.343E-8	1.1777E-2	4.2518E-3
802.8	8.391E-8	1.1776E-2	4.2516E-3

Std Dev Of Fit 4.2211E-7 1.2081E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	191.1	3.77E-9	8.8306E-9	1.1793E-2	4.1702E-3	-32.44	-38.33
	257.4	2.88E-9	7.8902E-9	1.1844E-2	4.1722E-3	-27.99	-37.85
	349.8	3.23E-9	8.7038E-9	1.1798E-2	4.1711E-3	-31.93	-38.05
	536.7	3.50E-9	8.2134E-9	1.1803E-2	4.1643E-3	-31.44	-39.56

Data Processing Results

Data File Name : DATA_008
 Folder : 040806
 Sample Name : Mix Cal IRMS 003-3
 Sample ID :
 Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-38
 Batch Name : 040806
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 12:02:11 Date : 04/08/06
 Current Time : 12:21:06 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.462E-8	1.1776E-2	4.2524E-3
102.6	8.517E-8	1.1776E-2	4.2526E-3
742.8	8.365E-8	1.1777E-2	4.2519E-3
803.1	8.370E-8	1.1776E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit 4.2009E-7 1.8134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
191.1	5.45E-9	1.2876E-8	1.1793E-2	4.1690E-3	-32.33	-38.56
257.7	4.25E-9	1.1751E-8	1.1845E-2	4.1710E-3	-27.81	-38.09
349.8	4.83E-9	1.3084E-8	1.1799E-2	4.1708E-3	-31.80	-38.12
536.8	5.46E-9	1.2814E-8	1.1806E-2	4.1655E-3	-31.22	-39.31

Data Processing Results

Data File Name : DATA_009
 Folder : 040806
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
 Sample ID :
 Sample Position : 2
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : M-AN-41
 Batch Name :
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 12:24:14 Date : 04/08/06
 Current Time : 13:45:11 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.507E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
182.6	8.550E-8	1.1776E-2	4.2528E-3
242.6	8.493E-8	1.1776E-2	4.2530E-3
2423.4	8.422E-8	1.1775E-2	4.2523E-3
2483.5	8.354E-8	1.1775E-2	4.2518E-3
2533.5	8.443E-8	1.1775E-2	4.2521E-3

Std Dev Of Fit 9.2732E-8 1.7392E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
870.6	4.30E-9	2.0644E-8	1.1815E-2	4.1628E-3	-30.40	-76.48	-40.04	32
1241.8	4.36E-9	3.5212E-8	1.1934E-2	4.1653E-3	-19.98	-74.28	-39.45	31
1316.7	3.35E-9	2.6894E-8	1.1777E-2	4.1662E-3	-33.71	-74.11	-39.21	31
1491.1	2.83E-9	3.1504E-8	1.1971E-2	4.1687E-3	-16.74	-74.00	-38.66	31

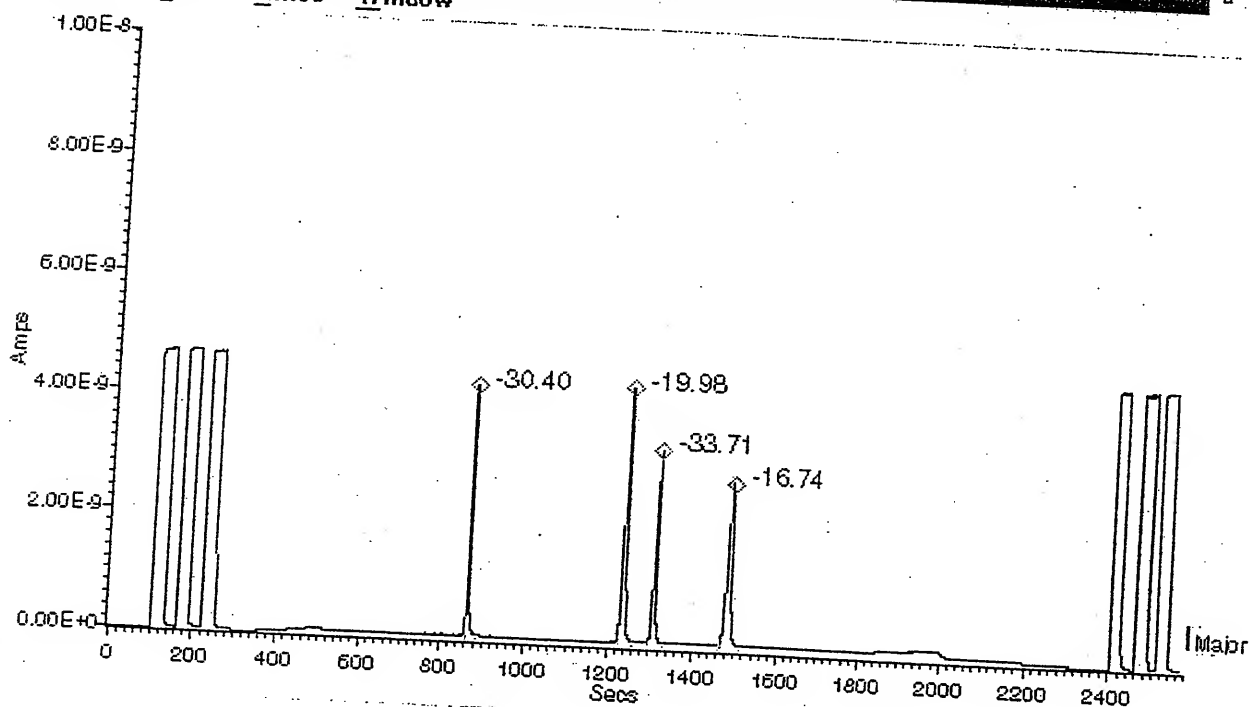
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data
Filename: DATA_009
Date : 04/08/06
Folder : 040806
Time : 12:24:14
Comment : Mix: Cal Acetate 001A-100ng inj
Parameters
Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



Data Processing Results

Data File Name : DATA_016
 Folder : 040806
 Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
 Sample ID : 9
 Sample Position : 0.0000
 Injection Size : Sam
 Sample Type : M-AN-41
 Method :
 Batch Name : micromass
 RunTime User : 21:32:21 Date : 04/08/06
 Acquisition Time : 07:33:19 Date : 05/08/06
 Current Time :

Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
122.5	8.534E-8	1.1775E-2	4.2534E-3
182.6	8.513E-8	1.1775E-2	4.2533E-3
242.6	8.502E-8	1.1774E-2	4.2532E-3
2423.4	8.433E-8	1.1774E-2	4.2522E-3
2483.4	8.404E-8	1.1774E-2	4.2518E-3
2533.5	8.484E-8	1.1773E-2	4.2521E-3

Std Dev Of Fit

4.6118E-7

1.1639E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2

Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	dO18Pk	dO18
870.5	4.31E-9	1.9411E-8	1.1815E-2	4.1647E-3	-30.25	-79.02	-39.67	34
1241.6	4.22E-9	3.4868E-8	1.1933E-2	4.1679E-3	-19.95	-77.29	-38.91	33
1316.1	3.28E-9	2.7273E-8	1.1777E-2	4.1695E-3	-33.63	-77.27	-38.50	32
1490.4	2.97E-9	3.0767E-8	1.1970E-2	4.1690E-3	-16.68	-77.62	-38.62	32

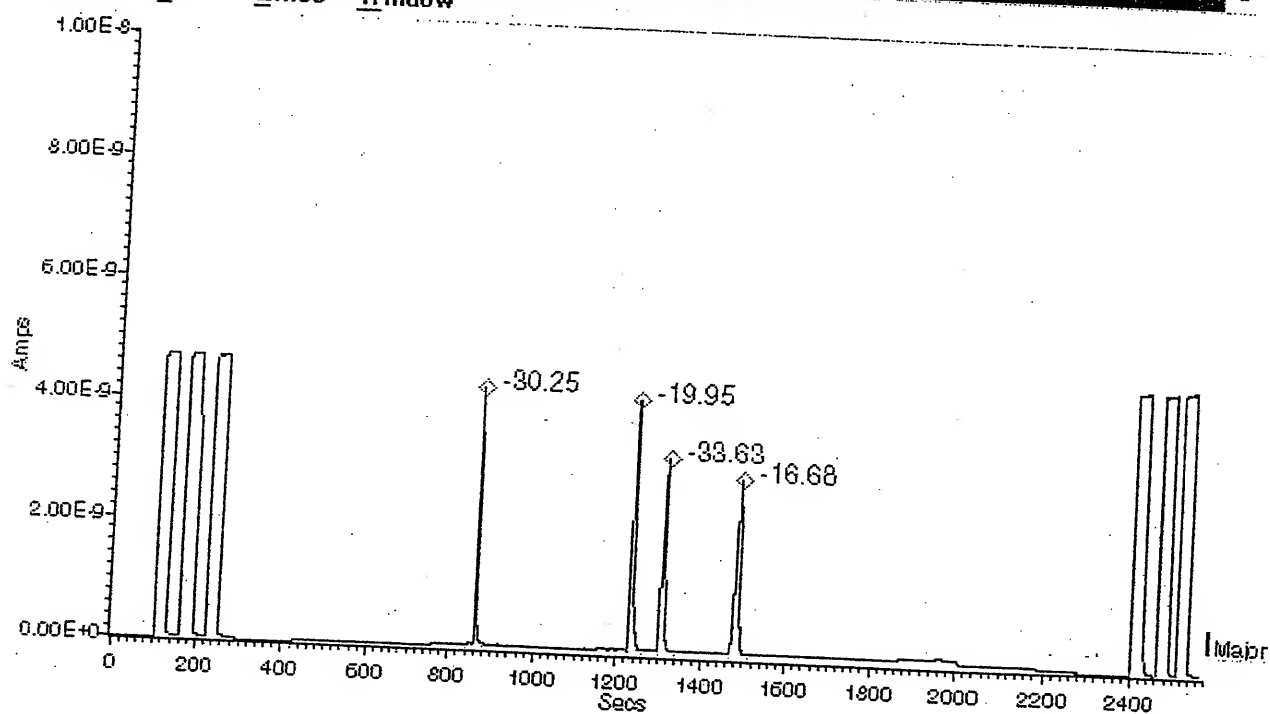
DP Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Data
Filename : DATA_016
Date : 04/08/06
Folder : 040806
Time : 21:32:21
Comment : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
Parameters
Automatic DP Params

Data Processing Main Graph

Graph Cursor Lines Window



SECTION 3

Certificate of analysis

28541

Châtenay-Malabry, le 05 août 2006

RAPPORT DE CONTRE ANALYSE

Demandes de contre-analyse de l'UCI et de l'USADA du 31 juillet 2006 suite au rapport d'analyse n°178/07-1

Prélèvements du Dr. BORDABERRY

Organisme : Cyclisme (UCI)
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17^{ème} étape à MORZINE
Date : 20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : 20/07/2006
Type de matériel : Berlinger
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 3 échantillons reçus)
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07_995474 B

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA / Réglementation nationale – contrôle en Compétition)

Date de début des analyses : 03/08/2006

Méthodes utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS (EC24D) et
Spectrométrie de masse de rapport isotopique GC/C/IRMS (EC31)

Conclusions : (pH = 5.2 d = 1.025 +/- 0.002)

T/E estimé à 11.0 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.7 ng/mL
(Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Épitéstostérone estimée après correction par la densité à 4.2 ng/mL
(Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1 / 2

135

RAPPORT DE CONTRE ANALYSE (SUITE)

Conclusions (Suite) :

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 6.4 ‰ et 3.5 ‰, respectivement pour les métabolites 5 α -Androstanediol et Androstérone.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

J. de CEALARRIZ
Directeur



Destinataires :

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique– 75700 PARIS)

Pour information :

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète – 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

ANNEXES

USADA 0367

B-sample analysis 995474

Fifth of August 2006

Chatenay-Malabry

Statement no. 1

As an expert Dr. Douwe de Boer has been witnessing in the period between August 3 and August 5, 2006, the B-sample analysis in the LNDD, the WADA- accredited anti-doping laboratory in Chatenay-Malabry.

Statement no. 2

The impression of the expert regarding the analytical performance of the B-sample analysis was that the LNDD worked in a transparent and professional way and according to transparent and professional procedures.

Statement no. 3

In respect to the semi-quantitation of the ratio between testosterone and epitestosterone (T/E ratio) as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone it must be stated the following:

- A) A ratio was established between two peaks in the chromatogram.
- B) The identity of the compound(s) belonging to the peaks has not been established according to the minimal WADA requirements.

Therefore, any official conclusion regarding to the T/E ratio as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone is and will be premature. As such any official conclusion in relation to the above mentioned parameters of the respective sample is non-conclusive.

Statement no. 4

In respect to the GC/C/IRMS analysis it must be stated the following:

- A) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the uncertainty of the GC/C/IRMS analysis, which was reported to be 0.8%.
- B) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the historical data of blank urine pool no. 4.

Therefore, it was for the expert not possible to give an adequate evaluation of GC/C/IRMS analysis of the respective sample. The above mentioned issues have been implemented into a list of requests addressed to Prof. de Ceaurriz.

Dr Douwe de Boer



List of the requests from Dr. Douwe de Boer
Counter-analysis on "B" 995474

- The GC/C/IRMS has been accredited by the WADA and the French National Accreditation body.

Would it be possible to see the documentation regarding this accreditation?

If so, I would appreciate to see the documentation regarding the accreditation.

- In principal a WADA accredited laboratory is participating in proficiency programs.

Would it be possible to see data of the Châtenay-Malabry laboratory?

If so, I would appreciate to see the data regarding the GC/C/IRMS analysis.

- The certificate of the analysis of the A-sample mentions an "uncertainty" of 0,8‰ for the GC/C/IRMS result.

Would it be possible to see documentation and data of how this value of "uncertainty" was established?

If so, I would appreciate to see documents and data regarding the establishment of the value of 0,8‰.

- Historical data regarding the blank urine pool no.4, which has been used in the GC/C/IRMS procedure.

Would it be possible to see documentation and data regarding the history of blank urine pool no.4.

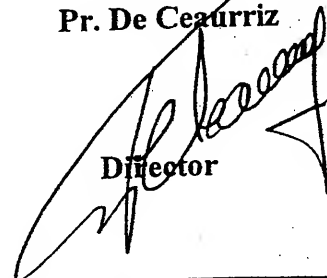
If so, I would appreciate to see the repeatability (intra-day variation) and the reproducibility (inter-day variation), meaning the average value, the standard deviation and the number of observations made.

Dr. Douwe de Boer



Expert

Pr. De Ceaurriz



Director